

Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



(11) **EP 1 113 068 A2**

(12) **EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG**

(43) Veröffentlichungstag
04.07.2001 Patentblatt 2001/27

(51) Int Cl **C11D 3/12, C11D 3/40**
// C11D17/00

(21) Anmeldenummer **00126667.5**

(22) Anmeldetag **05.12.2000**

(84) Benannte Vertragsstaaten:
AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU
MC NL PT SE TR
Benannte Erstreckungsstaaten:
AL LT LV MK RO SI

(30) Priorität: **16.12.1999 DE 19960744**

(71) Anmelder: **Clariant GmbH**
65929 Frankfurt am Main (DE)

(72) Erfinder:
• **Bauer, Harald, Dr.**
50170 Kerpen (DE)
• **Holz, Josef, Dr.**
50374 Erftstadt (DE)
• **Schimmel, Günther, Dr.**
50374 Erftstadt (DE)

(54) **Granulares Alkalischichtsilicat-Compound**

(57) Die Erfindung betrifft ein granulares Alkalischichtsilicat-Compound, dadurch gekennzeichnet, daß es ein kristallines Alkalischichtsilikat, einen Farb-

stoff und ein Additiv enthält. Die Erfindung betrifft auch ein Verfahren zu seiner Herstellung sowie Wasch- und Reinigungsmittel, die ein solches granulares Alkalischichtsilicat-Compound enthalten.

EP 1 11 3 A2

Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft ein granulares Alkalisichchtsilicat-Compound, ein Verfahren zu seiner Herstellung sowie Wasch- und Reinigungsmittel, die ein solches granulares Alkalisichchtsilicat-Compound enthalten.

[0002] DE 199 43 237 A1 beschreibt celulosehaltige Cogranulate aus Alkalisichchtsilicaten und Sprengmitteln, die gegebenenfalls eingefärbt sein können. Diese Cogranulate werden als Waschmittelbuilder eingesetzt.

[0003] Waschmittelbuilder erfüllen eine Vielzahl von Funktionen. Darunter sind besonders die Entfernung oder Herabsetzung von Wasserhärte und die Lieferung von Alkalität, d.h. die Heraufsetzung des pH-Wertes in der Waschlauge zu nennen. Die Entfernung der im Leitungswasser vorhandenen Wasserhärte ist wichtig, da sie bei den üblichen, insbesondere höheren Waschttemperaturen an Heizstäben, Waschmaschinenwänden und an Textilien anorganische Verkrustungen ("Inkrustierungen") verursacht und die häufig eingesetzten anionischen Tenside in Form von sogenannten Kalkseifen zur Ausfällung bringen. Dies hat zum einen eine Minderung der Waschkraft zur Folge und ergibt andererseits nach nur wenigen Waschgängen einen Grauschleier auf der Wäsche. Anorganische Inkrustierungen bestehen aus in Form von Calciumcarbonat ausgefällter Wasserhärte bzw. aus abgelagerten Resten ungelöster Waschmittelbuilderanteile. Die (erwünschte) Erhöhung des pH-Wertes in der Waschlauge hat zur Folge, dass Schmutzpartikel eine höhere Oberflächenladung erhalten und so leichter vom Gewebe zu entfernen sind.

[0004] Nach dem Stand der Technik werden Waschmittelbestandteile, dies betrifft insbesondere die Builderkomponente, durch den Zusatz von Farbstoffen für verschiedene Zwecke eingefärbt. Eine besonders hohe Farbstärke des Produkts kann dabei nur durch entsprechende Erhöhung des Farbstoffanteils erreicht werden. Nachteilig ist hierbei, daß Reste der Farbstoffe in der Waschlauge verbleiben können und zu der Anfärbung von Textilien bzw. Belastung der Umwelt führen. Überraschenderweise wurde nun gefunden, dass sich Alkalisichchtsilicate durch eine geeignete Wahl von Additiven in Kombination mit Farbstoffen besonders farbtintensiv einfärben lassen, ohne dass der Farbstoffanteil im Produkt wesentlich erhöht wird.

[0005] Es ist daher Aufgabe der vorliegenden Erfindung, ein granulares Alkalisichchtsilicat-Compound zur Verfügung zu stellen, das gegenüber dem Stand der Technik eine besonders hohe Farbtintensität besitzt.

[0006] Diese Aufgabe wird gelöst durch ein granulares Alkalisichchtsilicat-Compound der eingangs genannten Art, dadurch gekennzeichnet, daß es ein kristallines Alkalisichchtsilicat, einen Farbstoff und ein Additiv enthält.

[0007] Bevorzugt enthält das erfindungsgemäße granulare Alkalisichchtsilicat-Compound

68-99,79 Gew.-% Alkalisichchtsilicat
0,01-2 Gew.-% Farbstoff
0,1-15 Gew.-% Additive
0,1-15 Gew.-% Wasser.

[0008] Besonders bevorzugt enthält das erfindungsgemäße granulare Alkalisichchtsilicat-Compound

84-98,95 Gew.-% Alkalisichchtsilicat
0,05-1 Gew.-% Farbstoff
0,5-5 Gew.-% Additive
0,5-10 Gew.-% Wasser.

[0009] Bevorzugte Alkalisichchtsilicate, die vorteilhafterweise zur Herstellung des erfindungsgemäßen Compounds eingesetzt werden können, sind solche der Formel $\text{NaMSi}_x\text{O}_{2x+1} \cdot y\text{H}_2\text{O}$, wobei M Natrium oder Wasserstoff bedeutet, x eine Zahl von 1-9 bis 4 und y eine Zahl von 0 bis 20 ist und bevorzugte Werte für x 2, 3 oder 4 sind. Derartige Schichtsilicate werden in der

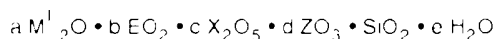
EP-B-0 164 514 beschrieben, auf die hier ausdrücklich Bezug genommen wird. Bevorzugte Schichtsilicate sind dabei solche, in denen M für Natrium steht und x die Werte 2 oder 3 annimmt. Insbesondere sind sowohl beta- als auch delta-Natriumdisilicate $\text{Na}_2\text{Si}_2\text{O}_5 \cdot y\text{H}_2\text{O}$ bevorzugt, wobei beta-Natriumdisilicat beispielsweise nach dem Verfahren erhalten werden kann, das in der WO-A 91/08171 beschrieben ist. beta-Natriumdisilicat ist unter der Bezeichnung SKS 7, delta-Natriumdisilicat ist unter der Bezeichnung TMSKS-6 im Handel erhältlich (Produkte der Clariant GmbH).

[0010] Weitere Schichtsilicate, die bevorzugt zur Herstellung des erfindungsgemäßen granularen Alkalisichchtsilicat-Compounds eingesetzt werden können, sind in der DE A 198 30 591 beschrieben. Es handelt sich dabei um ein feinteiliges kristallines schichtförmiges Natriumdisilicat der Formel $\text{NaMSi}_2\text{O}_{5,1} \cdot y\text{H}_2\text{O}$, wobei M Natrium oder Wasserstoff

EP 1 113 068 A2

$x\text{Na}_2\text{O} \cdot y\text{SiO}_2 \cdot z\text{P}_2\text{O}_5$ mit dem Verhältnis x zu y von 0,35 bis 0,6, dem Verhältnis x zu z von 1,75 bis 1200 und dem Verhältnis von y zu z von 4 bis 2800. Diese phosphorhaltigen Schichtsilicate mit hoher Kristallinität und einem sehr hohen Calciumbindevermögen werden ebenfalls bevorzugt zur Herstellung des erfindungsgemäßen Compounds eingesetzt.

5 [0012] Erfindungsgemäß eingesetzt werden auch kristalline Alkalisilicate der allgemeinen Formel



10 in der M^{I} ein Alkalimetall, E ein Element der vierten Hauptgruppe, X ein Element der fünften Hauptgruppe und Z ein Element der sechsten Hauptgruppe des Periodensystems bedeuten und weiterhin gilt

$$0,25 \leq a \leq 6,25$$

$$2,5 \cdot 10^{-4} \leq b \leq 5,63$$

$$15 \quad 0 < c \leq 2,81$$

$$0 < d \leq 5,63$$

$$0 \leq e \leq 15,3$$

[0013] Hierbei sind solche kristallinen Alkalisilicate bevorzugt, die einen gewissen Gehalt an Phosphor, Schwefel und/oder Kohlenstoff aufweisen.

[0014] Geeignete Silicate sind aber auch hochalkalische kristalline Natriumsilicate der Zusammensetzung



25

wobei x eine Zahl zwischen 1,2 und 2,1 und y eine Zahl zwischen 0 und 20 ist und das hochalkalische kristalline Natriumsilicat zu 70 bis 98 Gew.-% aus schichtförmigen Dinatriumdisilicaten und zu 2 bis 30 Gew.-% aus nichtschichtsilicatischen Natriumsilicaten der Formel

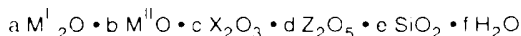
30



in der v eine Zahl zwischen 0,05 und 2 und w eine Zahl zwischen 0 und 20 ist, besteht.

[0015] Schließlich werden bevorzugt auch schwerlösliche Alkalisilicate eingesetzt, welche dadurch gekennzeichnet sind, dass sie Alkalisilicate in fein verteilter Form in einer nicht-schicht-silikatischen Alkalisilicatumgebung der Formel $x\text{M}^{\text{I}}_2\text{O} \cdot y\text{SiO}_2$, in der M^{I} ein Alkalimetall und y/x (1,9 bis 500): 1 bedeutet, enthalten. Dabei entspricht das Alkalisilicat insgesamt der allgemeinen Formel

40



in der M^{I} ein Alkalimetall, M^{II} ein Erdalkalimetall, X ein Element der dritten Hauptgruppe und Z ein Element der fünften Hauptgruppe des Periodensystems bedeuten und weiterhin gilt

45

$$0 < a \leq 1$$

$$0 < b \leq 0,5$$

$$0 < c \leq 0,05$$

$$0 < d \leq 0,25$$

$$1,9 \leq e \leq 4$$

50

$$0 < f \leq 20$$

[0016] Bevorzugt sind hierbei solche schwerlöslichen Alkalisilicate, die einen gewissen Gehalt an Erdalkalitionen (Magnesium und/oder Calcium), Bor und/oder Phosphor aufweisen.

Die Erfindung betrifft auch ein Verfahren zur Herstellung von erfindungsgemäßen Kunststoffen und Pigmenten in Frage.

Die Erfindung wird nun anhand eines bevorzugten Ausführungsbeispiels näher erläutert.

Bevorzugt handelt es sich bei den Additiven um Alkylalkoxylate, Gluconamide, Alkylpolyglycoside, Alkylesteralkoxylate, Oligoglycole, Polyglycole, Monoalkylglycolether, Monoalkyloligoglycolether, Monoalkylpolyglycolether, Dialkylglycolether, Dialkyloligoglycolether, Dialkylpolyglycolether, Oligocarboxylate und/oder Polycarboxylate.

[0018] Besonders bevorzugt handelt es sich bei den Alkylalkoxylaten um Alkylethoxylate und/oder EO-PO-Alkoxylate.

[0019] Bei der Auswahl der Additive ist zu beachten, dass vor allem niedermolekulare Verbindungen bevorzugt mindestens eine Alkylgruppe enthalten sollten. Wichtige Verbindungen mit diesem Merkmal sind auch nicht ionische Tenside.

[0020] Als Additive sind Alkylalkoxylate, Gluconamide und Alkylpolyglycoside besonders bevorzugt. Unter den Alkylalkoxylaten vorzugsweise werden ethoxylierte, insbesondere primäre Alkohole mit vorzugsweise 8 bis 22 C-Atomen und durchschnittlich 1 bis 80 EO pro Mol Alkohol eingesetzt, in denen der Alkoholrest linear oder bevorzugt in 2-Stellung methylierverzweigt sein kann bzw. lineare und methylierverzweigte Reste im Gemisch enthalten kann, so wie sie üblicherweise in Oxoalkoholresten vorliegen. Zu den bevorzugten ethoxylierten Alkoholen gehören beispielsweise C₁₁-Alkohole mit 3, 5, 7, 8 bzw. 11 EO, C₁₂-C₁₅ Alkohole mit 3, 6, 7, 8, 10 bzw. 13 EO, C₁₄-C₁₅ Alkohole mit 4, 7 bzw. 8 EO, C₆-C₁₈ Alkohole mit 8, 11, 15, 20, 25, 50 bzw. 80 EO und Mischungen aus diesen. Die angegebenen Ethoxyierungsgrade stellen statistische Mittelwerte dar, die für ein spezielles Produkt eine ganze oder eine gebrochene Zahl sein können. Zusätzlich zu diesen können auch Fettalkohol-EO/PO-Addukte eingesetzt werden, wie z.B. die Genapol-Typen 3970, 2909, bzw. 2822.

[0021] Eine weitere Ausgestaltung der Erfindung ist Polyethylenglycole als Additive einzusetzen, z.B. die PEG Typen 200, 300, 400, 600, 1000, 1350, 1500, 2000, 3000, 4000, 6000, 8000, 10000, 12000, 20000 und 35000 von Clariant.

[0022] Bevorzugt werden als Additive auch Monoalkylglycolether, Monoalkyloligoglycolether oder Monoalkylpolyglycolether eingesetzt, darunter Butylglycol, Butyldiglycol und Butylpolyglycol. Bevorzugt ist auch Monoalkylpropylenglycole, Monoalkyloligopropylenglycole und Monoalkylpolypropylenglycole einzusetzen.

[0023] Eine weitere Ausgestaltung der Erfindung sieht vor als Additive Polycarboxylat-Copolymere in saurer oder alkalischer Form, bevorzugt Natriumform, auf Basis Acrylsäure/Maleinsäure einzusetzen (beispielsweise Sokalan-Typen der Fa. BASF).

[0024] Das Additiv wird bevorzugt in Mischung bzw. Lösung mit Wasser eingesetzt. Dadurch wird ein größeres Flüssigkeitsvolumen erreicht, welches für eine gleichmäßigere Verteilung des Additivs auf dem vorgelegten grobteiligen Alkalisichsilicat günstig ist. Um eine gute Handhabbarkeit der Additiv-Wasser-Mischung sicherzustellen (Pumpbarkeit, Viskosität) kann es sinnvoll sein einen Lösungsvermittler einzusetzen. Besonders geeignet sind dazu Alkohole, besonders bevorzugt Ethanol und Isopropanol.

[0025] Bevorzugt kann das Additiv auch in reiner Form mit dem vorgelegten grobteiligen Alkalisichsilicat vermischt werden.

[0026] Der Wassergehalt des erfindungsgemäßen granularen Alkalisichsilicat-Compounds ist in weiten Grenzen variierbar und im wesentlichen durch die aufrecht zu erhaltende Fließfähigkeit des endgültigen Compounds begrenzt.

[0027] Die Farbintensität ist ein besonders wichtiger Parameter, der sich auf das Produkt auswirkt. Die Farbintensität des erfindungsgemäßen granularen Alkalisichsilicat-Compounds ist neben anderen Einflüssen abhängig von der Farbstoffkonzentration. Im bevorzugten Bereich von 0,01 bis 2% blauem Farbstoff ist ein b-Wert von -15 bis -40 bevorzugt, im besonders bevorzugten Bereich von 0,05 bis 1% ein b-Wert von -17 bis -30.

[0028] Weiterhin wichtig für das erfindungsgemäße granulare Alkalisichsilicat-Compound ist eine bestimmte Korngröße und eine möglichst nicht zu breite Kornverteilung. Der Feinkornanteil sollte nicht zu groß sein, um im späteren Waschmittel einen möglichst starken Farbkontrast zu den restlichen Inhaltsstoffen zu erzeugen. Zu hoher Feinkornanteil würde einen verwaschenen Hintergrundfarbton erzeugen.

Bevorzugt ist ein mittlerer Teilchendurchmesser von 400 bis 900 µm. Dabei beträgt der Anteil größer als 1,4 mm von 0,1 bis 15% und ein Anteil kleiner als 0,25 mm von 0,5 bis 20%. Besonders bevorzugt ist ein mittlerer Teilchendurchmesser von 0,5 bis 0,8 mm, ein Anteil größer als 1,4 mm von 1 bis 9% und ein Anteil kleiner als 0,25 mm von 1 bis 15%.

[0029] Die eingefärbten erfindungsgemäßen granularen Alkalisichsilicat-Compounds sind sehr gut rieselfähig, bevorzugt fre rieselfähig und zeigen keine besondere Neigung zum Verbacken.

[0030] Für die ökonomische Verwendung des Farbstoffes ist eine nur äußerliche Einfärbung bevorzugt. Zur Herstellung des erfindungsgemäßen granularen Alkalisichsilicat-Compounds wird daher bevorzugt von einem grobteiligen Schichsilicat ausgegangen. Dies kann sowohl eine speziell gesiebte Fraktion aus Schichsilicatpulver sein als auch zu Granulat kompaktiertes Schichsilicat. Außerdem kann auch agglomeres Pulver eingesetzt werden. Als Agglomerierungsmittel kann dabei Polycarboxylat-Copolymer eingesetzt werden, wie dies in EP-A-0 849 356 beschrieben

[0032] Für die Verwendung als grobteiliges Alkalischichtsilicat sind Pressgranulate bevorzugt. Diese werden bevorzugt durch Verfahren der Rollkompaktierung, Brikettierung und andere hergestellt. Bei der Rollkompaktierung ist ein Pressdruck von 10kN/cm bis 100kN/cm bevorzugt und ein Pressdruck von 30kN/cm bis 80kN/cm besonders bevorzugt. Wahlweise können bis zu 10 Gew.-% Granulierhilfsmittel (beispielsweise Wasser, Wasserglas, Polyethylenglycol, nichtionische Tenside, anionische Tenside, Polycarboxylatcopolymer) zugesetzt werden.

[0033] Für die Verwendung als grobteiliges Alkalischichtsilicat sind Agglomerate bevorzugt. Diese werden bevorzugt in kornaufbauenden Mischern hergestellt, z.B. in Lodige-Pflugschärmmischer, Eyrichmischer, Schugi-Mischer mit nachgeschaltetem Fließbettrockner usw. Wahlweise können hier Granulierhilfsmittel (bis zu 30 Gew.-%) oder andere Waschmittelinhaltsstoffe zugesetzt werden wie z.B. Wasser, Wasserglas, Polyethylenglycol, nichtionische Tenside, anionische Tenside, Polycarboxylatcopolymer, Soil-release-Polymer und andere.

[0034] Für die Herstellung des grobteiliges Alkalischichtsilicates via Agglomeration wird bevorzugt Alkalischichtsilicat fein gemahlen (auf $d_{50} < 50 \mu\text{m}$). Geeignete Apparate hierfür sind beispielsweise Kugel-, Pendelrollen-, Walzen-, Luftstrahl-, Hammer- und Prallmühlen. Wahlweise können Mahihilfsstoffe zugesetzt werden. Besonders bevorzugt wird auch Normalpulver ($50 \leq d_{50} < 500 \mu\text{m}$) eingesetzt. Bevorzugt können auch die vorgenannten Pressgranulate fein gemahlen (auf $d_{50} \leq 50 \mu\text{m}$) werden.

[0035] Die vorliegende Erfindung betrifft auch ein Verfahren zur Herstellung eines granularen Alkalischichtsilicat-Compounds, dadurch gekennzeichnet, daß man ein Alkalischichtsilicat mit einem Farbstoff mischt und anschließend ein Additiv aufsprüht und wahlweise nachtrocknet.

[0036] Bevorzugt wird dabei das Additiv in Mischung mit Wasser und/oder einem Lösungsvermittler aufgesprüht und wahlweise nachgetrocknet.

[0037] Die vorliegende Erfindung betrifft schließlich auch ein Wasch- und Reinigungsmittel, enthaltend ein erfindungsgemäßes granulares Alkalischichtsilicat-Compound.

[0038] Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel

0,1 bis 80 Gew.-% des granularen Alkalischichtsilicat-Compounds

0 bis 92 Gew.-% Cobuilder

0 bis 37 Gew.-% Tensid

0 bis 53 Gew.-% bleichaktive Agenzien

0 bis 30 Gew.-% weiteres Schichtsilicat

0 bis 46 Gew.-% Elektrolytlieferant.

[0039] Bevorzugt liegt das Wasch- und Reinigungsmittel in Tablettenform vor.

[0040] Für die Herstellung des erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds aus grobteiligem Alkalischichtsilicat, Farbstoff und Additiv werden bevorzugt Mischer und Bedingungen eingesetzt, die geeignet sind, die Ausgangskornstruktur des Schichtsilicates nur möglichst wenig zu verändern. Besonderes Augenmerk muss darauf verwendet werden, den Feinanteil kleiner als $250 \mu\text{m}$ nur möglichst wenig zu erhöhen. Hierzu können bevorzugt Mischer der Fa. Schugi-Hosokawa (z.B. Typ Flexomix 160) zum Einsatz, bevorzugt mit nachgeschaltetem Batch-Fließbett, um den Wassergehalt gezielt einstellen zu können.

[0041] Weitere geeignete Mischer sind Mischer der Firmen Hauff und Telschig, die nach dem Freifallprinzip arbeiten und der Fa. Nauta, in denen das Mischgut nach dem Archimedes-Prinzip durch eine Schnecke umwälzt wird.

[0042] Bevorzugt wird der Farbstoff trocken mit dem grobkörnigen Schichtsilicat vorgemischt. Danach wird das Additiv gegebenenfalls in Mischung mit Wasser und/oder Lösungsvermittler aufgesprüht.

[0043] Eine weitere bevorzugte Ausgestaltung ist, den Farbstoff im Additiv selbst, in einer Mischung von Additiv und Wasser oder einer Mischung von Additiv, Wasser und Lösungsvermittler zu lösen. Diese Farbstofflösung wird auf das reine grobteilige Alkalischichtsilicat gesprüht und untergemischt.

[0044] Besonders bevorzugt ist auch, die drei Komponenten grobteiliges Alkalischichtsilicat, Farbstoff und Additiv, letzteres gegebenenfalls in Mischung mit Lösungsvermittler und/oder Wasser, jede für sich allein aber alle gleichzeitig in den Mischer zu dosieren. Dies geschieht bevorzugt in einem Mischer der Fa. Schugi-Hosokawa oder der Fa. Hauff.

[0045] Die Erfindung betrifft, wie vorgenannt beschrieben, auch ein Wasch- und Reinigungsmittel, welches ein erfindungsgemäßes granulares Alkalischichtsilicat-Compound enthält. Hierfür stellen die nachstehend aufgeführten Zusammensetzungen eine beispielhafte Auswahl dar.

[0046] Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel

0,1 bis 80 Gew.-% des erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds

[0048] Das Wasch- und Reinigungsmittel ist ein

- 1 bis 9 Gew.-% des erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe
- [0049]** Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel
0.1 bis 80 Gew.-% des erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds
- 5 0 bis 92 Gew.-% Cobuilder
ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe
- [0050]** Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel
0.5 bis 15 Gew.-% des erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds
9 bis 75 Gew.-% Cobuilder
- 10 ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe
- [0051]** Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel
1 bis 9 Gew.-% des erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds 12.5 bis 62 Gew.-% Cobuilder
ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe
- [0052]** Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel
15 0.1 bis 80 Gew.-% des erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds
0 bis 37 Gew.-% Tensid
ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe
- [0053]** Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel
0.5 bis 15 Gew.-% des erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds
- 20 1.5 bis 31 Gew.-% Tensid
ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe
- [0054]** Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel
1 bis 9 Gew.-% des erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds 2 bis 19 Gew.-% Tensid
ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe
- 25 **[0055]** Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel
0.1 bis 80 Gew.-% des erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds
0 bis 53 Gew.-% bleichaktive Agenzien
ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe
- [0056]** Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel
30 0.5 bis 15 Gew.-% des erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds
1 bis 23 Gew.-% bleichaktive Agenzien
ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe
- [0057]** Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel
1 bis 9 Gew.-% des erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds 5 bis 20 Gew.-% bleichaktive Agenzien
- 35 ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe
- [0058]** Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel
0.1 bis 80 Gew.-% des erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds
0 bis 50 Gew.-% weiteres Schichtsilicat
ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe
- 40 **[0059]** Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel
0.5 bis 15 Gew.-% des erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds
4 bis 30 Gew.-% weiteres Schichtsilicat
ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe
- 45 **[0060]** Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel
1 bis 9 Gew.-% des erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds 5 bis 20 Gew.-% weiteres Schichtsilicat
ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe
- [0061]** Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel
50 0.1 bis 80 Gew.-% des erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds
0 bis 46 Gew.-% Elektrolytlieferant
ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe
- [0062]** Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel

- ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe
- [0064]** Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel
 0.1 bis 80 Gew.-% des erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds
 0 bis 92 Gew.-% Cobuilder
 0 bis 37 Gew.-% Tensid
- 5 ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe
- [0065]** Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel
 0.5 bis 15 Gew.-% des erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds
 9 bis 75 Gew.-% Cobuilder
- 10 ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe
- [0066]** Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel
 1 bis 9 Gew.-% des erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds 12.5 bis 62 Gew.-% Cobuilder
 2 bis 19 Gew.-% Tensid
- 15 ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe
- [0067]** Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel
 0.1 bis 80 Gew.-% des erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds
 0 bis 92 Gew.-% Cobuilder
 0 bis 53 Gew.-% bleichaktive Agenzien
- 20 ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe
- [0068]** Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel
 0.5 bis 15 Gew.-% des erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds
 9 bis 75 Gew.-% Cobuilder
 1 bis 23 Gew.-% bleichaktive Agenzien
- 25 ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe
- [0069]** Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel
 1 bis 9 Gew.-% des erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds 12.5 bis 62 Gew.-% Cobuilder
 5 bis 20 Gew.-% bleichaktive Agenzien
- 30 ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe
- [0070]** Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel
 0.1 bis 80 Gew.-% des erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds
 0 bis 92 Gew.-% Cobuilder
 0 bis 37 Gew.-% Tensid
 0 bis 53 Gew.-% bleichaktive Agenzien
- 35 ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe
- [0071]** Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel
 0.5 bis 15 Gew.-% des erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds
 9 bis 75 Gew.-% Cobuilder
 1.5 bis 31 Gew.-% Tensid
- 40 ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe
- [0072]** Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel
 1 bis 9 Gew.-% des erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds 12.5 bis 62 Gew.-% Cobuilder
 2 bis 19 Gew.-% Tensid
 5 bis 20 Gew.-% bleichaktive Agenzien
- 45 ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe
- [0073]** Bevorzugt handelt es sich bei dem Cobuilder um kristalline Aluminosilikate, mono- oder polyme-
 Carbonsäuren, Phosphonate, Alkalicarbonate, Alkalihydroxide, Alkaliortho-, Alkalipyro-, Alkalipolyphosphate, kristal-
 line Alkalisilikate mit einem Kristallgitter ohne Schichtstruktur und/oder feste oder flussfähige amorphe Alkalisilikate
- 50 **[0074]** Bevorzugt handelt es sich bei den bleichaktiven Agenzien um Perborat, Percarbonat, Persulfat, Bleichakti-
 vatoren (z.B. TAED, Nitrilquats), Bleichkatalysatoren, organische Peroxide und/oder Enzyme. Geeignete Enzyme sind
 z.B. Oxidasen, Peroxidasen und Reduktasen
- [0075]** Bevorzugt handelt es sich bei den Tensiden um anionische, kationische, nichtionische und/oder zwittionische

Compound enthalten sind. Besonders bevorzugt liegen sie in pressgranulierter, Normalpulver-, feingemahlener Pulver- oder feingemahlener Granulatform vor. Besonders bevorzugt können sie auch in Compounds mit Copolymer, anionischen oder nichtionischen Tensider etc. enthalten sein.

[0078] Bei den vorgenannten Wasch- und Reinigungsmitteln kann das erfindungsgemäße granulare Alkalisilicat-Compound bevorzugt zu 0,1 bis 80 Gew.-%, besonders bevorzugt zu 0,5 bis 15 Gew.-% bzw. zu 1 bis 9 Gew.-% enthalten sein.

[0079] Die erfindungsgemäßen granularen Alkalisilicat-Compounds können erfindungsgemäß Verwendung finden in Wasch- und Reinigungsmitteln. Die vorgenannten Wasch- und Reinigungsmittel, Wasserenthärter und Maschinengeschirreiner können in Pulverform, Granulatform und Tablettenform eingesetzt werden.

[0080] Die erfindungsgemäßen granularen Alkalisilicat-Compounds erzeugen in pulverförmigen Wasch- und Reinigungsmitteln farbige Körner.

[0081] Bevorzugt sind hier pulverförmige Voll-, Color- und Spezialwaschmittel. Vollwaschmittel sind ausgewogene Formulierungen mit dem Ziel einer möglichst hohen Waschwirkung. Colorwaschmittel sollen vor allem Farbtextilien schonen hinsichtlich Ausbleichen und Verwaschen der Farben und Verfilzen der Fasern. Spezialwaschmittel zielen auf enge Anwendungsgebiete wie Fleckensalze, Gardinenwaschmittel, Wollwaschmittel und andere.

[0082] Die erfindungsgemäßen granularen Alkalisilicat-Compounds können weiterhin Anwendung finden in Wasserenthärtern, die vor allem in Regionen mit hoher Wasserhärte einen leistungssteigernden Effekt auf das Waschergebnis und einen Schutzeffekt hinsichtlich der Waschmaschine besitzen.

[0083] Weitere Anwendungen für die erfindungsgemäßen granularen Alkalisilicat-Compounds sind Maschinengeschirreiniger. Hier sind sie vor allem wegen ihrer guten Schmutzdispergierung, ihrer hohen Alkalität und ihrer ausgezeichneten Schutzwirkung gegen Korrosion von Gläsern geeignet. Für Maschinengeschirreineranwendungen werden bevorzugt schwach schäumende EO/PO-Additive eingesetzt.

[0084] Bevorzugt sind auch tablettenförmige Wasch- und Reinigungsmittel, z.B. Voll-, Color-, Spezialwaschmittel, Maschinengeschirreiniger, Fleckensalze und/oder Wasserenthärter. Die erfindungsgemäßen granularen Alkalisilicat-Compounds erzeugen in tablettenförmigen Wasch- und Reinigungsmitteln farbige Sprengel. Eine weitere Ausgestaltung ist in Mehrphasentabs nur einzelne Anteile der Tablette mit Sprengeln zu versehen oder einzelne Anteile überwiegend oder vollständig homogen einzufärben.

[0085] Bei Tabletten kann die Form zylinderförmig, quaderförmig oder auch weitgehend beliebige geometrische Formen annehmen. Im Falle des Zylinders kann das Verhältnis von Radius zu Höhe zwischen 0,25 bis 4 zu 1 betragen. Der Pressdruck kann zwischen 12 und 0,3 kN/cm² betragen. Bevorzugt ist auch die mehrstufige Verpressung zur Erlangung von Mehrphasentabs. Hierbei werden beliebig viele Schichten in mehreren Schritten nacheinander aufeinander gepresst, so dass sich mehrere Schichten ergeben. Besonders bevorzugt ist bei zweischichtigen Tabletten ein Volumenverhältnis der beiden Schichten von 1 zu 10 bis 10 zu 1.

[0086] Bestimmung der Kornverteilung durch Siebanalyse:

In eine Siebmaschine der Fa. Retsch werden die Einsätze mit gewünschten Sieben eingesetzt. Dabei nimmt die Maschenweite der Siebe von oben nach unten ab. 50 g des zu untersuchenden Pulvers werden auf das weiteste Sieb aufgegeben. Durch die Schwingbewegung der Siebmaschine wird das Pulvermaterial durch die verschiedenen Siebe befördert. Die Rückstände auf den Sieben werden ausgewogen und rechnerisch auf die Material einwaage bezogen. Aus den Werten kann der d₅₀-Wert berechnet werden. Werte, die nach dieser Methode bestimmt wurden, sind in den Beispielen gekennzeichnet.

Bestimmung der Farbwerte

[0087] Als Farbmessgerät wird der Typ Luci 100 der Fa. Dr. Lange eingesetzt. Die Farbwerte werden im System nach Hunter (CIE LAB System) angegeben. L-Werte gehen von 0 (schwarz) bis 100 (weiß), a-Werte von -14 (grün) bis +14 (rot) und b-Werte von -16 (blau) bis +16 (gelb). Je größer negativ der b-Wert also ist, desto intensiver blau ist das untersuchte Material.

Herstellung der Testwaschmittel

[0088] Die optischen Aufheller werden in einem Viertel der Alkylethoxylat (AE) Menge angerührt und im Haushalts-Multimixer (Fa. Braun) mit der Hälfte der Soda bzw. Bicarbonatmenge gemischt. Im Pflugscharmischer der Fa. Ledeb wird der Restmenge Soda bzw. Bicarbonat und die Gesamtmenge Zeolith und Polymer 15 Minuten bei 300 U/M in

ten vermischt

Tablettierung von Waschmitteln

- 5 [0089] Zur Tablettierung wird die Waschmittelformulierung gemischt und mit einer Tablettenpresse der Fa. Matra in die entsprechende Form gepresst. Der Pressdruck kann zwischen 12 und 0,3 kN/cm² betragen. Der Pressling hat die Maße Höhe 18 mm, Durchmesser 41 mm.

Herstellung der Maschinengeschirreiniger:

- 10 [0090] In einem Pflugschärmmischer der Fa. Lödige wurden die festen Komponenten vorgelegt und gut gemischt. Dann wird das Alkylethoxylat aufgesprüht. Enzyme, Parfüm, Percarbonat oder Perborat und TAED werden zum Schluss untergemischt.

15 Beispiel 1 (Vergleich)

[0091] Es wurde ein Sprengmittelgranulat hergestellt, das 14,91 % Cellulose, 84,9 % Alkalisichtsilitat und 0,19 % Sandolan Blau E-HRL 180 enthielt. Der L-Wert betrug 61,4, der b-Wert -13,23.

20 Beispiel 2 (Vergleich)

[0092] In einem Telschig-Mischer wurden 900 kg SKS-6 Granulat mit 2,7 kg Sandolan Blau E-HRL 180 gemischt. Die Zusammensetzung dieser Vormischung und ihre analytischen Daten sind in der Tabelle 1 angegeben.

25 Beispiel 3 (Vergleich)

[0093] In einem Mischer der Fa. Schugi (Typ Flexomix 160) mit nachgeschaltetem Batch-Fließbett wurde die Vormischung aus Beispiel 2 mit einer Lösung von Glycerin und Wasser vermischt und nachgetrocknet. Die Zusammensetzung und die analytischen Daten der Mischung sind in der Tabelle 1 angegeben.

30 Beispiel 4

- [0094] In einem Mischer der Fa. Schugi (Typ Flexomix 160) mit nachgeschaltetem Batch-Fließbett wurde eine trockene Vormischung, die wie in Beispiel 2 hergestellt wurde, mit einer Lösung von Genapol UD 110 und Wasser vermischt und nachgetrocknet. Die Zusammensetzung und die analytischen Daten der Mischung sind in der Tabelle 1 angegeben. L- und b-Werte zeigen an, dass die Farbe deutlich intensiver war als die der Materialien der Vergleichsbeispiele 1, 2 und 3.

40 Beispiel 5

- [0095] In einem Mischer der Fa. Schugi (Typ Flexomix 160) mit nachgeschaltetem Batch-Fließbett wurde eine trockene Vormischung, die wie in Beispiel 2 hergestellt wurde, mit einer Lösung von Genapol OA 080, Wasser und Isopropanol vermischt und nachgetrocknet. Die Zusammensetzung und die analytischen Daten der Mischung sind in der Tabelle 1 angegeben. L- und b-Wert zeigen an, dass die Farbe deutlich intensiver war als die der Materialien der Vergleichsbeispiele 1, 2 und 3.

45 Beispiel 6

- [0096] In einem Mischer der Fa. Schugi (Typ Flexomix 160) mit nachgeschaltetem Batch-Fließbett wurden direkt SKS-6 Granulat, Farbstoff und eine Lösung von Genapol UD 110 und Wasser miteinander vermischt und nachgetrocknet. Die Zusammensetzung und die analytischen Daten der Mischung sind in der Tabelle 1 angegeben. L- und b-Wert zeigen an, dass die Farbe deutlich intensiver war als die der Materialien der Vergleichsbeispiele 1, 2 und 3.

EP 1 113 068 A2

mensetzung und die analytischen Daten der Mischung sind in der Tabelle 1 angegeben. L- und b-Wert zeigen an, dass die Farbe deutlich intensiver war als die der Materialien der Vergleichsbeispiele 1, 2 und 3.

Beispiel 8

[0098] In einem Mischer der Fa. Schugi (Typ Flexomix 160) mit nachgeschaltetem Batch-Fließbett wurde SKS-6 Granulat mit einer Lösung von Farbstoff, Genapol UD 110 und Wasser vermischt und nachgetrocknet. Die Zusammensetzung und die analytischen Daten der Mischung sind in der Tabelle 1 angegeben. L- und b-Wert zeigen an, dass die Farbe deutlich intensiver war als die der Materialien der Vergleichsbeispiele 1, 2 und 3.

Beispiel 9

[0099] In einem Freifallmischer der Fa. Hauff wurde eine Vormischung, die wie in Beispiel 2, nur mit weniger Farbstoff hergestellt wurde, mit einer erhöhten Menge einer Lösung von Genapol UD 110 und Wasser vermischt. Die Zusammensetzung und die analytischen Daten der Mischung sind in der Tabelle 1 angegeben. L- und b-Wert zeigen an, dass die Farbe deutlich intensiver war als die der Materialien der Vergleichsbeispiele 1, 2 und 3.

Beispiel 10

[0100] In einem Mischer der Fa. Schugi (Typ Flexomix 160) mit nachgeschaltetem Batch-Fließbett wurde eine trockene Vormischung, die wie in Beispiel 2, nur mit weniger Farbstoff hergestellt wurde, mit einer erhöhten Menge einer Lösung von Genapol UD 110 vermischt. Die Zusammensetzung und die analytischen Daten der Mischung sind in der Tabelle 1 angegeben. L- und b-Wert zeigen an, dass die Farbe trotz geringeren Farbstoffeinsatzes deutlich intensiver war als die der Materialien der Vergleichsbeispiele 1, 2 und 3.

Beispiel 11

[0101] In einem Freifallmischer der Fa. Hauff wurde wie in Beispiel 9 eine Vermischung aus 900kg SKS-6 Granulat mit 1,8kg Sandolan MFB (grün), die wie in Beispiel 2 hergestellt wurde, mit einer erhöhten Menge einer Lösung von Genapol UD 110 und Wasser vermischt. Die Zusammensetzung und die analytischen Daten sind in Tabelle 1 angegeben.

Beispiel 12

[0102] In einem Freifallmischer der Fa. Hauff wurde wie in Beispiel 9 eine Vermischung aus 900kg SKS-6 Granulat mit 1,8kg Vitasin chinolingelb 70 (gelb), die wie in Beispiel 2 hergestellt wurde, mit einer erhöhten Menge einer Lösung von Genapol OA 080, Isopropanol und Wasser vermischt. Die Zusammensetzung und die analytischen Daten sind in Tabelle 1 angegeben.

Beispiel 13

[0103] In einem Freifallmischer der Fa. Hauff wurde wie in Beispiel 9 eine Vermischung aus 900kg SKS-6 Granulat mit 1,8kg Sandolan NBG 125 (brilliantrot), die wie in Beispiel 2 hergestellt wurde, mit einer erhöhten Menge einer Lösung von Genapol 2904, Isopropanol und Wasser vermischt. Die Zusammensetzung und die analytischen Daten sind in Tabelle 1 angegeben.

Beispiel 14

[0104] Entsprechend der allgemeinen Vorschrift "Herstellung der Testwaschmittel" und der Rezeptur in Tabelle 2 wurde ein Test-Vollwaschmittel mit 0,5% Alkalisilicatsilicat-Compound aus Beispiel 9 hergestellt.

Beispiel 15

[0105] Entsprechend der allgemeinen Vorschrift "Herstellung der Testwaschmittel" und der Rezeptur in Tabelle 2 wurde ein Test-Vollwaschmittel mit 0,5% Alkalisilicatsilicat-Compound aus Beispiel 9 hergestellt.

Beispiel 16

[0106] Entsprechend der allgemeinen Vorschrift "Herstellung der Testwaschmittel" und der Rezeptur in Tabelle 2 wurde ein Test-Vollwaschmittel mit 1 % Alkalisichchtsilicat-Compound aus Beispiel 9 hergestellt

Beispiel 17

[0107] Entsprechend der allgemeinen Vorschrift "Herstellung der Testwaschmittel" und der Rezeptur in Tabelle 2 wurde ein Test-Vollwaschmittel mit 11 % Alkalisichchtsilicat-Compound aus Beispiel 9 hergestellt

Beispiel 18

[0108] Entsprechend der allgemeinen Vorschrift "Herstellung der Testwaschmittel" und der Rezeptur in Tabelle 2 wurde ein Test-Vollwaschmittel mit 1 % Alkalisichchtsilicat-Compound aus Beispiel 9 hergestellt.

Beispiel 19

[0109] Entsprechend der allgemeinen Vorschrift "Herstellung der Testwaschmittel" und der Rezeptur in Tabelle 2 wurde ein Phosphat-haltiges Test-Vollwaschmittel mit 0.2% Alkalisichchtsilicat-Compound aus Beispiel 9 hergestellt

Beispiel 20

[0110] Entsprechend der allgemeinen Vorschrift "Herstellung der Testwaschmittel" und der Rezeptur in Tabelle 2 wurde ein Test-Colorwaschmittel mit 1% Alkalisichchtsilicat-Compound aus Beispiel 9 hergestellt

Beispiel 21

[0111] Entsprechend der allgemeinen Vorschrift "Herstellung der Testwaschmittel" und der Rezeptur in Tabelle 2 wurde ein Test-Wasserenthärter mit 15% Alkalisichchtsilicat-Compound aus Beispiel 9 hergestellt

Beispiel 22

[0112] Entsprechend der allgemeinen Vorschrift "Herstellung der Testwaschmittel" und der Rezeptur in Tabelle 2 wurde ein Test-Fleckensalz mit 9 % Alkalisichchtsilicat-Compound aus Beispiel 9 hergestellt.

Beispiele 23 bis 25

[0113] Entsprechend den allgemeinen Vorschriften "Herstellung der Testwaschmittel" "Tablettierung von Waschmitteln" und den Rezepturen in Tabelle 3 wurden mit unterschiedlichen Mengen Alkalisichchtsilicat-Compound aus Beispiel 9 Waschmitteltabs gepresst.

Beispiel 26

[0114] Entsprechend der allgemeinen Vorschrift "Herstellung der Testwaschmittel" und der Rezeptur in Tabelle 3 wurde ein Test-Waschmittel mit 0.2 % Alkalisichchtsilicat-Compound aus Beispiel 9 hergestellt

Beispiel 27

[0115] Entsprechend der allgemeinen Vorschrift "Herstellung der Testwaschmittel" und der Rezeptur in Tabelle 3 wurde ein Test-Waschmittel mit 1 % Alkalisichchtsilicat-Compound aus Beispiel 9 hergestellt

Beispiel 28

Beispiel 29: Entsprechend der allgemeinen Vorschrift "Herstellung der Testwaschmittel" und der Rezeptur in Tabelle 3

Beispiel 29

[0117] Entsprechend der allgemeinen Vorschrift "Herstellung der Testwaschmittel" und der Rezeptur in Tabelle 3 wurde ein Test-Waschmittel mit 4 % Alkalisichchtsilicat-Compound aus Beispiel 9 hergestellt

Beispiel 30

[0118] Entsprechend der allgemeinen Vorschrift "Herstellung der Testwaschmittel" und der Rezeptur in Tabelle 3 wurde ein Test-Waschmittel mit 7 % Alkalisichchtsilicat-Compound aus Beispiel 9 hergestellt

Beispiel 31

[0119] Entsprechend der allgemeinen Vorschrift "Herstellung der Testwaschmittel" und der Rezeptur in Tabelle 3 wurde ein Test-Waschmittel mit 5 % Alkalisichchtsilicat-Compound aus Beispiel 9 hergestellt

Beispiele 32 bis 37

[0120] Entsprechend der allgemeinen Vorschrift "Herstellung der Maschinengeschirreiniger" und den Rezepturen in Tabelle 4 wurden Maschinengeschirreiniger mit unterschiedlichen Mengen Alkalisichchtsilicat-Compound aus Beispiel 13 hergestellt

Beispiel 38

[0121] Ein Maschinengeschirreinigergel wurde hergestellt, indem man mit einem Dispergator (Ultraturrax, Fa. Hanco und Kunkel) Wasserglas, Phosphat Soda, Natriumhydroxid, Phosphonat, Polymer, Alkansulfonat untermischt, Alkalisichchtsilicat-Compound aus Beispiel 11 und Natriumhypochlorit werden zum Schluss kurz untergemischt (Tabelle 4).

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

Tabelle 1

Beispiel	2 Vgl.	3 Vgl.	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13
Einsatzmengen [kg]												
Schichtsilicat	Granulat	900	900	900	900	900	900	900	900	900	900	900
	Pulver	-	-	-	-	900	-	-	-	-	-	-
Farbstoff	Sandolan	2,7	2,7	2,7	2,7	3,5	2,7	1,8	1,4	-	-	-
	blau E-HRL											
	180											
	Sandolan	-	-	-	-	-	-	-	-	1,8	-	-
	MFP	-	-	-	-	-	-	-	-	-	1,8	-
	Vitamin	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	sch gelb 70	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	1,8
	Sandolan	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	NBG 125	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Additiv	Glycerin	-	6,3	-	-	-	-	6,3	14	42,3	14	-
	Genapol	-	-	6,3	-	6,3	-	-	-	-	-	-
	LD110	-	-	-	-	-	-	-	-	-	14	-
	Genapol	-	-	-	6,3	-	-	-	-	-	-	-
	QAA 080	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	14
	Genapol	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	2909	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	Polycarb	-	-	-	-	523	-	-	-	-	-	-
	oxylit	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-
Wasser		-	36	36	36	-	36	50	-	50	50	50
Isopropylal		-	-	-	-	-	-	-	-	-	2,2	2,2
Produktzusammensetzung [g]												
Silicat		98,3	93,9	94,1	93,9	95,2	73,3	94,0	91,9	94,0	92,1	92,0

Tabelle 1 (fortgesetzt)

Beispiele	2 Vgl.	3 Vgl.	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13
Farbstoff	0.30	0.29	0.29	0.29	0.29	0.29	0.29	0.28	0.15	0.19	0.19	0.19
Additiv	-	0.7	0.7	0.7	0.7	19.2	0.7	1.4	4.5	1.4	1.5	1.5
Wasser	1.4	5.1	4.9	5.1	3.8	7.2	5.0	6.4	1.3	6.5	6.3	6.4
Hunter-L	60.1	57.3	51.2	48.9	49.5	50.1	43.9	45.6	45.6	56.8	81.4	47.5
Hunter-a	3.34	4.63	3.6	2.95	4.96	5.01	3.34	3.31	3.34	25	4.9	51.8
Hunter-b	-13.5	-12.9	-22.7	-23.2	-21.6	-22.8	-23.4	-26.7	-26.1	8	24.2	14.6
d50 [mm]	0.781	0.765	0.635	0.732	0.74	0.647	0.687	0.704	0.722	0.650	0.675	0.643
>1.4 mm [%]	9.8	9.01	2.9	5	7.2	4.4	4.3	5.8	8.7	4.5	6.3	3.9
<0.25 mm [%]	0.41	0.8	7.1	3.1	4	7.6	9.4	6.5	1.4	9.7	8.8	9.9

EP 1 113 068 A2

Tabelle 2

Beispiele	14 [%]	15 [%]	16 [%]	17 [%]	18 [%]	19 [%]	20 [%]	21 [%]	22 [%]
Zeolith A	34.5	24	24	24	-	-	30	40	-
Phosphat 1	-	-	-	-	-	25	-	-	-
SKS-6	-	10.9	10.0	-	50	10	10	-	-
Cpd. aus Bsp. 9	0.5	0.1	1.0	11	1	0.2	1	15	9
Polymer *	3	3	3	3	3	-	7.7	-	-
Soda	16	16	16	16	-	-	-	15	9
Bicarbonat	-	-	-	-	9	-	18	5	-
Perborat mh	18	18	18	18	-	-	-	-	-
Perborat th	-	-	-	-	-	20	-	-	-
Percarbonat	-	-	-	-	18	-	-	-	40
TAED 1	5	5	5	5	5	-	-	-	13
LAS	9	9	9	9	-	6.7	8	-	5
AE 1	4	4	4	4	4	2.0	10	2	-
AE2	4	4	4	4	4	-	-	-	-
Seife	1	1	1	1	1	-	1	2	1
Antischaum	1	1	1	1	1	0.6	1	-	-
Enzym 1	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	0.6	1.5	-	-
Enzym 3	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	0.6	1.5	-	-
Opt. Aufheller	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.2	-	-	-
Phosphonat 1	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.1	0.2	-	-
Citronensäure	-	-	-	-	-	-	2	5	-
PVP	-	-	-	-	-	-	1	-	-
SRP	-	-	-	-	-	-	0.8	-	-
CMC	-	-	-	-	-	-	1	-	-
Sulfat	-	-	-	-	-	34	7	9	23
Dosierung [g]	72	72	72	72	72	135	72	30	40

Tabelle 3

Beispiele	23 [%]	24 [%]	25 [%]	26 [%]	27 [%]	28 [%]	29 [%]	30 [%]	31 [%]
Zeolith A	-	15	15	31	31	31	30	-	-
SKS 6	30	15	11.1	15	10	-	-	5	-
Cpd. aus Bsp. 9	0.1	1	5	0.2	1	5	4	7	5
Polymer 1	4	4	4	5	5	5	3	2	2

EP 1 113 068 A2

Tabelle 3 (fortgesetzt)

Beispiele	23 [%]	24 [%]	25 [%]	26 [%]	27 [%]	28 [%]	29 [%]	30 [%]	31 [%]
Perborat th	-	-	-	-	-	-	-	-	2
Percarbonat	12	12	12	-	-	-	-	-	-
TAED 1	4	4	4	-	-	-	-	-	-
AS	7	7	7	10	30	-	7	6	-
Alkansulfonat	-	-	-	-	-	-	9	5	8
AE 1	-	-	-	15	4	18	3	-	4
AE2	-	-	-	10	3	-	-	-	-
AE 3	4	4	3	-	-	-	-	-	-
Seife	-	-	-	-	-	13	-	-	-
Enzym 1	-	-	-	1.5	0.5	0.5	0.2	-	-
Enzym 3	-	-	-	1.5	0.5	0.5	0.3	-	-
Opt. Aufheller	-	-	-	-	0.5	-	-	-	-
Citronensaure	6	6	15	-	-	-	-	-	-
Sulfat	-	-	10	5.8	4.5	12	4	-	-
Chlorid	-	-	-	-	-	-	-	46	-
Cellulose	-	7	-	-	-	-	-	-	-
Acetat th	15.9	8.0	-	-	-	-	-	-	-
Dosierung [g]	2*40	2*40	2*40	0.5g/l	0.5g/l	0.5g/l	80	80	150

Tabelle 4

Beispiele	32 [%]	33 [%]	34 [%]	35 [%]	36 [%]	37 [%]	38 [%]
Phosphat 2	-	-	25	47	20	-	-
Phosphat 3	-	-	-	-	-	-	22
Metasilicat ph	-	-	-	-	47	-	-
SKS-6	19.5	4.0	13	-	-	-	5
Opd. aus Bsp. 9	0.5	1	2	8	3	80	1
Soda	23	33	50	25	17	-	-
Natriumhydroxid	-	-	-	-	8	-	-
Citrat th	30	35	-	-	-	-	-
Percarbonat	10	10	-	-	-	18	-
Perborat th	-	-	10	10	-	-	-
NaDCC	-	-	-	-	1	-	-
Polymer 2	7	7	7	3	-	-	-
Polymer 3	-	-	-	-	-	-	-

EP 1 113 068 A2

Tabelle 4 (fortgesetzt)

Beispiele	32 [%]	33 [%]	34 [%]	35 [%]	36 [%]	37 [%]	38 [%]
Enzym 4	2	2	2	2	-	-	-
AE4	1.5	1.5	1.5	1.5	4	2	-
Parfüm	0.5	0.5	0.5	0.5	-	-	-
Phosphonat 2	-	-	-	-	-	-	1
Alkansulfonat	-	-	-	-	-	-	2
Wasserglas	-	-	-	-	-	-	36
Hypochlorit	-	-	-	-	-	-	9
Sulfat	-	-	6	-	-	-	-
Wasser	-	-	-	-	-	-	20
Dosierung [g]	20	20	20	20	2 g/l	60	40

Eingesetzte Substanzen

[0122]

AE 1	Genapol OAA 080, Fa. Clariant
AE 2	Genapol OAA 040, Fa. Clariant
AE 3	Genagen 81MEE100, Fa. Clariant
AE 4	Genapol 2822, Fa. Clariant
Acetat th.	Natriumacetat trihydrat, Fa. Riedel-de Haen
Alkansulfonat	Hostapur SAS 60, Fa. Clariant
Antischaum	11 Piv ASP3, Fa. Wacker
Bicarbonat	Fa. Solvay
Citrat th.	Trinatriumcitrat trihydrat, Fa. Jungbunzlauer
Citronensäure	von Fa. Jungbunzlauer
Cellulose	Arbocell, Fa. Rettenmaier
CMC	Tylose 2000, Fa. Clariant
Enzym 1	Termamyl 60T, Fa. Solvay Enzymes
Enzym 2	Termamyl 120T, Fa. Solvay Enzymes
Enzym 3	Savinase 6.0 TW, Fa. Solvay Enzymes
Enzym 4	Savinase 6.0 TW, Fa. Solvay Enzymes
Hypochlorit	Natriumhypochlorit, Celanese GmbH
LAS	Marlon ARL, Fa. Hüls
Metasilicat ph.	Metasilicat pentahydrat, Fa. van Baerle
NaDCC	Natriumdichloroisocyanurat, Fa. Olin Chemicals
Natriumchlorid	Fa. Merck KGaA
Natriumhydroxid	Meropriils 100%, Fa. Riedel-de Haen
Optischer Aufheller	Tinopal CBS-X, Fa. Ciba
Parfüm	Citronenparfüm 78122D, Fa. Orissa
Perborat mh	Perborat monohydrat, Fa. Degussa
Perborat th	Perborat tetrahydrat, Fa. Degussa
Percarbonat	Oxyper C, Fa. Solvay Interlox
Phosphat 1	Natriumtripolyphosphat von Fa. Thermphos Int'l
Phosphat 2	Makrophos 1018, Fa. BK Giulini
Phosphat 3	Thermphos NW grob

EP 1 113 068 A2

Polymer 3	Sokalan CP5 flüssig, Fa. BASF
PVP	Polyvinylpyrrolidon, Sokalan HP50, Fa. BASF
Seife	Liga Grundseife HM11E
Soda	Schwertsoda, Fa. Matthes & Weber
5 SRP	Soil release Polymer, SRC 1, Fa. Clariant
Sulfat	von Fa. Solvay
TAED 1	TAED 4049, Fa. Clariant
TAED 2	TAED 3873, Fa. Clariant
Wasserglas	45,5% Aktivsubstanz, Modul 2.0, Fa. Clariant, France
10 Zeolith A	Wessalith P, Fa. Degussa

Patentansprüche

- 15 1. Granulares Alkalischichtsilicat-Compound, dadurch gekennzeichnet, daß es ein kristallines Alkalischichtsilicat, einen Farbstoff und ein Additiv enthält.
2. Granulares Alkalischichtsilicat-Compound nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß es 68-99,79 Gew.-% Alkalischichtsilicat, 0,01-2 Gew.-% Farbstoff, 0,1-15 Gew.-% Additive und 0,1-15 Gew.-% Wasser enthält.
- 20 3. Granulares Alkalischichtsilicat-Compound nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß es 84-98,95 Gew.-% Alkalischichtsilicat, 0,05-1 Gew.-% Farbstoff, 0,5-5 Gew.-% Additive und 0,5-10 Gew.-% Wasser enthält.
- 25 4. Granulares Alkalischichtsilicat-Compound nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß es sich bei dem Farbstoff um einen oxidationsstabilen und/oder alkalistabilen Farbstoff und/oder Pigmente handelt.
5. Granulares Alkalischichtsilicat-Compound nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 4, dadurch gekennzeichnet, daß es sich bei den Additiven um Alkylalkoxylate, Gluconamide, Alkylpolyglycoside, Alkylesteralkoxylate, Oligoglycole, Polyglycole, Monoalkylglycolether, Monoalkyloligoglycolether, Monoalkylpolyglycolether, Dialkylglycolether, Dialkyloligoglycolether, Dialkylpolyglycolether, Oligocarboxylate und/oder Polycarboxylate handelt.
- 30 6. Granulares Alkalischichtsilicat-Compound nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß es sich bei den Alkylalkoxylaten um Alkylethoxylate und/oder EO-PO-Alkoxylate handelt.
- 35 7. Granulares Alkalischichtsilicat-Compound nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 6, dadurch gekennzeichnet, daß es einen mittleren Teilchendurchmesser von 400 bis 900 µm aufweist.
- 40 8. Verfahren zur Herstellung eines granularen Alkalischichtsilicat-Compounds nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß man ein Alkalischichtsilicat mit einem Farbstoff mischt und anschließend ein Additiv aufsprüht und wahlweise nachtrocknet.
9. Verfahren zur Herstellung eines granularen Alkalischichtsilicat-Compounds nach Anspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß man das Additiv in Mischung mit Wasser und/oder einem Lösungsmittel aufsprüht und wahlweise nachtrocknet.
- 45 10. Wasch- und Reinigungsmittel, enthaltend ein granulares Alkalischichtsilicat-Compound nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 7.
- 50 11. Wasch- und Reinigungsmittel nach Anspruch 10, dadurch gekennzeichnet, daß es
 - 0,1 bis 80 Gew.-% des granularen Alkalischichtsilicat-Compounds,
 - 0 bis 92 Gew.-% Cobuilder

EP 1 113 068 A2

12. Wasch- und Reinigungsmittel nach Anspruch 10 oder 11, dadurch gekennzeichnet, daß es in Tablettenform vorliegt.

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



(11) **EP 1 113 068 A3**

(12) **EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG**

(88) Veröffentlichungstag A3
19.12.2001 Patentblatt 2001/51

(51) Int. Cl. **C11D 3/12, C11D 3/40**
// C11D17/00

(43) Veröffentlichungstag A2
04.07.2001 Patentblatt 2001/27

(21) Anmeldenummer **00126667.5**

(22) Anmeldetag **05.12.2000**

(84) Benannte Vertragsstaaten:
AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU
MC NL PT SE TR
Benannte Erstreckungsstaaten:
AL LT LV MK RO SI

(72) Erfinder:
• **Bauer, Harald, Dr.**
50170 Kerpen (DE)
• **Holz, Josef, Dr.**
50374 Erftstadt (DE)
• **Schimmel, Günther, Dr.**
50374 Erftstadt (DE)

(30) Priorität: **16.12.1999 DE 19960744**

(71) Anmelder: **Clariant GmbH**
65929 Frankfurt am Main (DE)

(54) **Granulares Alkalischichtsilicat-Compound**

(57) Die Erfindung betrifft ein granulares Alkalischichtsilicat-Compound, dadurch gekennzeichnet, daß es ein kristallines Alkalischichtsilikat, einen Farb-

stoff und ein Additiv enthält. Die Erfindung betrifft auch ein Verfahren zu seiner Herstellung sowie Wasch- und Reinigungsmittel, die ein solches granulares Alkalischichtsilicat-Compound enthalten.



Europäisches
Patentamt

EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung
EP 00 12 6667

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int. Cl. 7)
X	GB 2 199 338 A (UNILEVER PLC) 6. Juli 1988 (1988-07-06) * Seite 3, Absätze 1,2 * * Seite 4 - Seite 8, Zeile 17; Ansprüche 1-4; Beispiele 1,2 * ---	1-5,7-11	C11D3/12 C11D3/40 //C11D17/00
X	US 5 654 265 A (KURODA M. SAKAMATO Y. OTANI Y.) 5. August 1997 (1997-08-05) * Spalte 2, Zeile 24 - Zeile 35; Ansprüche 1,7,10,12 * ---	1-5	
X	DATABASE WPI Section Ch, Week 198621 Derwent Publications Ltd., London, GB; Class A81, AN 1986-133907 XP002176296 & JP 61 069900 A (KAO CORP.), 10. April 1986 (1986-04-10) * Zusammenfassung * ---	1	
X	EP 0 737 739 A (PROCTER & GAMBLE) 16. Oktober 1996 (1996-10-16) * Seite 2, Zeile 29 - Zeile 33 * * Seite 3, Zeile 22 - Seite 4, Zeile 17 * ---	1	RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int. Cl. 7)
X	EP 0 336 635 A (UNILEVER PLC ;UNILEVER NV (NL)) 11. Oktober 1989 (1989-10-11) * Spalte 2, Zeile 24 - Zeile 35 * * Spalte 1 - Spalte 2, Zeile 25; Ansprüche 1,7,8 * * Ansprüche 1,7,10,12 * ---	1	C11D
X	US 4 271 030 A (BRIERLEY JOHN M ET AL) 2. Juni 1981 (1981-06-02) * Spalte 1, Zeile 9 - Zeile 36 * * Spalte 5, Zeile 25 - Spalte 6, Zeile 57; Ansprüche 1,3 * ---	1	
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt			
MÜNCHEN 16. Oktober 2001 Giese, H-H			

KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE

- * von besonderer Bedeutung als betrachtet
- * von besonderer Bedeutung als Vorstandspatent

- * der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Erfindungsansätze
- * älteres Patentdokument, das jedoch erst nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist
- * in der Anmeldung angeführtes Dokument



Europäisches
Patentamt

EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung
EP 00 12 6667

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int. Cl. 7)
X	US 3 931 037 A (HALL RANDALL BRIAN) 6. Januar 1976 (1976-01-06) * Spalte 1 - Spalte 3; Ansprüche 1,2; Beispiele *	1	
P, X	WO 00 27980 A (THE PROCTER & GAMBLE COMPANY) 18. Mai 2000 (2000-05-18) * Seite 2, Absätze 2,3; Ansprüche 1,3,4,6,8,9,11,12 * * Seite 3, Absätze 2,3; Beispiele *	1-12	
P, X	WO 00 58435 A (HENKEL KGAA) 5. Oktober 2000 (2000-10-05) * Seite 2, Absatz 5 - Seite 7, Absatz 3; Ansprüche 11,16 * * Seite 22, Absatz 3 - Seite 23, Absatz 2 *	1-7, 10-12	
A	DE 26 26 383 A (BAERLE & CO CHEM FAB VAN) 22. Dezember 1977 (1977-12-22) * Anspruch 1; Beispiele *	8,9	
A	US 4 965 015 A (HEYBOURNE MICHAEL J H ET AL) 23. Oktober 1990 (1990-10-23) * Spalte 1, Zeile 23 - Zeile 29 * * Spalte 2, Zeile 7 - Zeile 12 * * Spalte 5, Zeile 36 - Spalte 6, Zeile 61; Anspruch 1; Beispiele 3-6 *	1,8	
A	US 4 715 979 A (MOORE JEFFREY E ET AL) 29. Dezember 1987 (1987-12-29) * Spalte 7, Zeile 21 - Zeile 28 *	1	

RECHERCHIERTE
SACHGEBIETE (Int. Cl. 7)

Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt

Erstellt am

Anmeldedatum der Recherche

Mitgeteilt

MÜNCHEN

16. Oktober 2001

Giese, H-H

KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE

- X: von besonderer Bedeutung, allein betrachtet
Y: von besonderer Bedeutung, in Verbindung mit anderen
W: Veröffentlichung, kein Patent, Kategorie

- I: der Erfindung zugrundeliegende Theorien oder Grundsätze
E: älteres Patentdokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist
D: in der Anmeldung angeführtes Dokument
F: aus anderen Gründen angeführtes Dokument

**ANHANG ZUM EUROPÄISCHEN RECHERCHENBERICHT
ÜBER DIE EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG NR.**

EP 00 12 6667

In diesem Anhang sind die Mitglieder der Patentfamilien der im obengenannten europäischen Recherchenbericht angeführten Patentdokumente angegeben.
Die Angaben über die Familienmitglieder entsprechen dem Stand der Daten des Europäischen Patentamts am 16-10-2001.
Diese Angaben dienen nur zur Unterrichtung und erfolgen ohne Gewähr.

16-10-2001

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglieder der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
GB 2199338 A	06-07-1988	KEINE	
US 5654265 A	05-08-1997	AU 3518193 A DE 69312987 D1 DE 69312987 T2 EP 0560395 A1 ES 2104980 T3 JP 2635279 B2 JP 6010000 A	16-09-1993 18-09-1997 15-01-1998 15-09-1993 16-10-1997 30-07-1997 18-01-1994
JP 61069900 A	10-04-1986	JP 2087402 C JP 6080160 B	02-09-1996 12-10-1994
EP 0737739 A	16-10-1996	GB 2299956 A EP 0737739 A2 US 6221430 B1	23-10-1996 16-10-1996 24-04-2001
EP 0336635 A	11-10-1989	AT 102647 T AU 3223389 A DE 68913575 D1 DE 68913575 T2 EP 0336635 A1 JP 1299898 A ZA 8902357 A	15-03-1994 05-10-1989 14-04-1994 16-06-1994 11-10-1989 04-12-1989 28-12-1990
US 4271030 A	02-06-1981	AU 4160378 A BR 7807568 A CA 1110408 A1 CH 638831 A5 DE 2849225 A1 DK 513278 A ES 475215 A1 FI 783502 A .B. FR 2409303 A1 GR 65593 A1 IE 47586 B1 IT 1160940 B JP 54088889 A JP 60039120 B LU 80542 A1 NL 7811311 A .B. NZ 188897 A PT 68793 A SE 441276 B SF 7811896 A	24-05-1979 24-07-1979 13-10-1981 14-10-1983 23-05-1979 19-05-1979 16-07-1980 19-05-1979 15-06-1979 14-10-1980 02-05-1984 11-03-1987 14-07-1979 04-09-1985 15-06-1979 22-05-1979 23-01-1981 01-12-1978 23-09-1985 19-05-1979

**ANHANG ZUM EUROPÄISCHEN RECHERCHENBERICHT
 ÜBER DIE EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG NR.**

EP 00 12 6667

In diesem Anhang sind die Mitglieder der Patentfamilien der im obengenannten europäischen Recherchenbericht angeführten Patentdokumente angegeben.
 Die Angaben über die Familienmitglieder entsprechen dem Stand der Datei des Europäischen Patentamts am
 Diese Angaben dienen nur zur Unterrichtung und erfolgen ohne Gewähr

16-10-2001

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglieder der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
US 4271030 A		BE 872104 A1	17-05-1979
		GB 2015603 A ,B	12-09-1979
		ZA 7806485 A	25-06-1980
US 3931037 A	06-01-1976	CA 980957 A1	06-01-1976
		DE 2257163 A1	30-05-1973
		FR 2161106 A1	06-07-1973
		GB 1375103 A	27-11-1974
		NL 7215948 A	29-05-1973
		BE 791891 A1	24-05-1973
		ES 408983 A1	16-10-1975
		IE 36844 B1	02-03-1977
		IT 971216 B	30-04-1974
		JP 48060705 A	25-08-1973
		PH 10985 A	18-10-1977
WO 0027980 A	18-05-2000	GB 2343456 A	10-05-2000
		AU 1238900 A	29-05-2000
		BR 9915124 A	31-07-2001
		EP 1124930 A1	22-08-2001
		WO 0027980 A1	18-05-2000
WO 0058435 A	05-10-2000	DE 19942796 A1	05-10-2000
		AU 3290300 A	16-10-2000
		WO 0058435 A1	05-10-2000
DE 2626383 A	22-12-1977	DE 2626383 A1	22-12-1977
US 4965015 A	23-10-1990	AU 583196 B2	20-04-1989
		AU 7843787 A	21-04-1988
		BR 8704820 A	17-05-1988
		CA 1296234 A1	25-02-1992
		DE 3778262 D1	21-05-1992
		EP 0260971 A2	23-03-1988
		ES 2037089 T3	16-06-1993
		JP 7068554 B	26-07-1995
		JP 63099297 A	30-04-1988
		KR 9502354 B1	16-03-1995
		TR 25687 A	15-06-1993
		ZA 8707038 A	30-05-1989
US 4715979 A	29-12-1987	AU 582519 B2	23-03-1989
		AU 6359786 A	16-04-1987
		CA 1275019 A1	09-10-1990
		DE 3688821 D1	09-09-1993

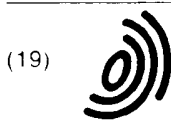
**ANHANG ZUM EUROPÄISCHEN RECHERCHENBERICHT
ÜBER DIE EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG NR.**

EP 00 12 6667

In diesem Anhang sind die Mitglieder der Patentfamilien der im obengenannten europäischen Rechercherbericht angeführten Patentedokumente angegeben.
Die Angaben über die Familienmitglieder entsprechen dem Stand der Daten des Europäischen Patentamts am 1.1.1980.
Diese Angaben dienen nur zur Unterrichtung und erfolgen ohne Gewähr.

16-10-2001

im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
US 4715979 A	EP	0220024 A2	29-04-1987
	JP	7116476 B	13-12-1995
	JP	62169900 A	27-07-1987
	NZ	217877 A	27-10-1989



Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



(11) **EP 1 113 068 A9**

(12)

KORRIGIERTE EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

Hinweis: Bibliographie entspricht dem neuesten Stand

(15) Korrekturinformation

Korrigierte Fassung Nr. 1 (W1 A2)
Korrekturen, siehe Seite(n) 3, 13-17

(51) Int. Cl. 7 **C11D 3/12, C11D 3/40**
// C11D17/00

(48) Corrigendum ausgegeben am:

05.12.2001 Patentblatt 2001/49

(43) Veröffentlichungstag

04.07.2001 Patentblatt 2001/27

(21) Anmeldenummer: **00126667.5**

(22) Anmeldetag: **05.12.2000**

(84) Benannte Vertragsstaaten:

AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU
MC NL PT SE TR

Benannte Erstreckungsstaaten:

AL LT LV MK RO SI

(72) Erfinder:

- **Bauer, Harald, Dr.**
50170 Kerpen (DE)
- **Holz, Josef, Dr.**
50374 Erftstadt (DE)
- **Schimmel, Günther, Dr.**
50374 Erftstadt (DE)

(30) Priorität: **16.12.1999 DE 19960744**

(71) Anmelder: **Clariant GmbH**

65929 Frankfurt am Main (DE)

(54) **Granulares Alkalischichtsilicat-Compound**

(57) Die Erfindung betrifft ein granulares Alkalischichtsilicat-Compound, dadurch gekennzeichnet, daß es ein kristallines Alkalischichtsilikat, einen Farb-

stoff und ein Additiv enthält. Die Erfindung betrifft auch ein Verfahren zu seiner Herstellung sowie Wasch- und Reinigungsmittel, die ein solches granulares Alkalischichtsilicat-Compound enthalten.

A9

EP 1 113

Beschreibung

[0001] Die Erfindung betrifft ein granulares Alkalischichtsilicat-Compound, ein Verfahren zu seiner Herstellung sowie Wasch- und Reinigungsmittel, die ein solches granulares Alkalischichtsilicat-Compound enthalten.

[0002] DE 199 43 237 A1 beschreibt celuloschaltige Cogranulate aus Alkalischichtsilikaten und Sprengmittel, die gegebenenfalls eingefärbt sein können. Diese Cogranulate werden als Waschmittelbuilder eingesetzt.

[0003] Waschmittelbuilder erfüllen eine Vielzahl von Funktionen. Darunter sind besonders die Entfernung oder Herabsetzung von Wasserhärte und die Lieferung von Alkalität, d. h. die Heraufsetzung des pH-Wertes in der Waschlauge zu nennen. Die Entfernung der im Leitungswasser vorhandenen Wasserhärte ist wichtig, da sie bei den üblichen, insbesondere höheren Waschttemperaturen an Heizstäben, Waschmaschinenwänden und an Textilien anorganische Verkrustungen ("Inkrustierungen") verursacht und die häufig eingesetzten anionischen Tenside in Form von sogenannten Kalkseifen zur Ausfällung bringen. Dies hat zum einen eine Minderung der Waschkraft zur Folge und ergibt andererseits nach nur wenigen Waschgängen einen Grauschleier auf der Wäsche. Anorganische Inkrustierungen bestehen aus in Form von Calciumcarbonat ausgefällter Wasserhärte bzw. aus abgelagerten Resten ungelöster Waschmittelbuilderanteile. Die (erwünschte) Erhöhung des pH-Wertes in der Waschlauge hat zur Folge, dass Schmutzpartikel eine höhere Oberflächenladung erhalten und so leichter vom Gewebe zu entfernen sind.

[0004] Nach dem Stand der Technik werden Waschmittelbestandteile, dies betrifft insbesondere die Builderkomponente, durch den Zusatz von Farbstoffen für verschiedene Zwecke eingefärbt. Eine besonders hohe Farbstärke des Produkts kann dabei nur durch entsprechende Erhöhung des Farbstoffanteils erreicht werden. Nachteilig ist hierbei, daß Reste der Farbstoffe in der Waschlauge verbleiben können und zu der Anfärbung von Textilien bzw. Belastung der Umwelt führen. Überraschenderweise wurde nun gefunden, dass sich Alkalischichtsilicate durch eine geeignete Wahl von Additiven in Kombination mit Farbstoffen besonders farbtensiv einfärben lassen, ohne dass der Farbstoffanteil im Produkt wesentlich erhöht wird.

[0005] Es ist daher Aufgabe der vorliegenden Erfindung, ein granulares Alkalischichtsilicat-Compound zur Verfügung zu stellen, das gegenüber dem Stand der Technik eine besonders hohe Farbintensität besitzt.

[0006] Diese Aufgabe wird gelöst durch ein granulares Alkalischichtsilicat-Compound der eingangs genannten Art, dadurch gekennzeichnet, daß es ein kristallines Alkalischichtsilicat, einen Farbstoff und ein Additiv enthält.

[0007] Bevorzugt enthält das erfindungsgemäße granulare Alkalischichtsilicat-Compound

68-99,79 Gew.-% Alkalischichtsilicat
0,01-2 Gew.-% Farbstoff
0,1-15 Gew.-% Additive
0,1-15 Gew.-% Wasser.

[0008] Besonders bevorzugt enthält das erfindungsgemäße granulare Alkalischichtsilicat-Compound

84-98,95 Gew.-% Alkalischichtsilicat
0,05-1 Gew.-% Farbstoff
0,5-5 Gew.-% Additive
0,5-10 Gew.-% Wasser.

[0009] Bevorzugte Alkalischichtsilicate, die vorteilhafterweise zur Herstellung des erfindungsgemäßen Compounds eingesetzt werden können, sind solche der Formel $\text{NaMSi}_x\text{O}_{2x+1} \cdot y\text{H}_2\text{O}$, wobei M Natrium oder Wasserstoff bedeutet, x eine Zahl von 1-9 bis 4 und y eine Zahl von 0 bis 20 ist und bevorzugte Werte für x 2, 3 oder 4 sind. Derartige Schichtsilicate werden in der

EP-B-0 164 514 beschrieben, auf die hier ausdrücklich Bezug genommen wird. Bevorzugte Schichtsilicate sind dabei solche, in denen M für Natrium steht und x die Werte 2 oder 3 annimmt. Insbesondere sind sowohl beta- als auch delta-Natriumdisilicate $\text{Na}_2\text{Si}_2\text{O}_5 \cdot y\text{H}_2\text{O}$ bevorzugt, wobei beta-Natriumdisilicat beispielsweise nach dem Verfahren erhalten werden kann, das in der WO-A-91/08171 beschrieben ist; beta-Natriumdisilicat ist unter der Bezeichnung SKS-7, delta-Natriumdisilicat ist unter der Bezeichnung *MSKS-6 im Handel erhältlich (Produkte der C. I. Anil. GmbH).

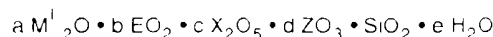
[0010] Weitere Schichtsilicate, die bevorzugt zur Herstellung des erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds eingesetzt werden können, sind in der DE-A 198 30 591 beschrieben. Es handelt sich dabei um ein feinkristallines, schichtförmiges Natriumdisilicat der Formel $\text{NaMSi}_x\text{O}_{2x+1} \cdot y\text{H}_2\text{O}$, wobei M Natrium oder Wasserstoff bedeutet, x eine Zahl von 1-9 bis 4 und y eine Zahl von 0 bis 20 ist und bevorzugte Werte für x 2, 3 oder 4 sind.

[0011]

EP 1 113 068 A9 (W1A2)

$x\text{Na}_2\text{O} \cdot y\text{SiO}_2 \cdot z\text{P}_2\text{O}_5$ mit dem Verhältnis x zu y von 0,35 bis 0,6, dem Verhältnis x zu z von 1,75 bis 1200 und dem Verhältnis von y zu z von 4 bis 2800. Diese phosphorhaltigen Schichtsilicate mit hoher Kristallinität und einem sehr hohen Calciumbindevermögen werden ebenfalls bevorzugt zur Herstellung des erfindungsgemäßen Compounds eingesetzt.

5 [0012] Erfindungsgemäß eingesetzt werden auch kristalline Alkalisilicate der allgemeinen Formel



10 in der M^{I} ein Alkalimetall, E ein Element der vierten Hauptgruppe, X ein Element der fünften Hauptgruppe und Z ein Element der sechsten Hauptgruppe des Periodensystems bedeuten und weiterhin gilt

$$0,25 \leq a \leq 6,25$$

$$2,5 \cdot 10^{-4} \leq b \leq 5,63$$

$$15 \quad 0 \leq c \leq 2,81$$

$$0 \leq d \leq 5,63$$

$$0 \leq e \leq 15,3$$

20 [0013] Hierbei sind solche kristallinen Alkalisilicate bevorzugt, die einen gewissen Gehalt an Phosphor, Schwefel und/oder Kohlenstoff aufweisen.

[0014] Geeignete Silicate sind aber auch hochalkalische kristalline Natriumsilicate der Zusammensetzung



25

wobei x eine Zahl zwischen 1,2 und 2,1 und y eine Zahl zwischen 0 und 20 ist und das hochalkalische kristalline Natriumsilicat zu 70 bis 98 Gew.-% aus schichtförmigen Dinatriumdisilicaten und zu 2 bis 30 Gew.-% aus nichtschichtsilicatischen Natriumsilicaten der Formel

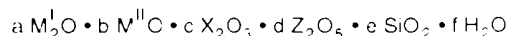
30



in der v eine Zahl zwischen 0,05 und 2 und w eine Zahl zwischen 0 und 20 ist, besteht

35 [0015] Schließlich werden bevorzugt auch schwerlösliche Alkalisilicate eingesetzt, welche dadurch gekennzeichnet sind, dass sie Alkalisilicate in fein verteilter Form in einer nicht-schicht-silikatischen Alkalisilicatumgebung der Formel $x \text{M}^{\text{I}}_2\text{O} \cdot y \text{SiO}_2$, in der M^{I} ein Alkalimetall und y/x (1,9 bis 500): 1 bedeutet, enthalten. Dabei entspricht das Alkalisilicat insgesamt der allgemeinen Formel

40



in der M^{I} ein Alkalimetall, M^{II} ein Erdalkalimetall, X ein Element der dritten Hauptgruppe und Z ein Element der fünften Hauptgruppe des Periodensystems bedeuten und weiterhin gilt

45

$$0 < a \leq 1$$

$$0 < b \leq 0,5$$

$$0 < c \leq 0,05$$

$$0 \leq d/e \leq 0,25$$

$$1,9 \leq e \leq 4$$

50

$$0 < f \leq 20$$

[0016] Bevorzugt sind hierbei solche schwerlöslichen Alkalisilicate, die einen gewissen Gehalt an Erdalkationen (Magnesium und/oder Calcium), Bor und/oder Phosphor aufweisen.

Die Erfindung wird nun anhand von Beispielen, die nicht limitierend sind, für die folgenden Beispiele, Farbstoffe und Pigmente in Frage

Beispiel 1
Beispiel 2

Bevorzugt handelt es sich bei den Additiven um Alkylalkoxylate, Gluconamide, Alkylpolyglycoside, Alkylsteralkoxylate, Oligoglycole, Polyglycole, Monoalkylglycolether, Monoalkyloligoglycolether, Monoalkylpolyglycolether, Dialkylglycolether, Dialkyloligoglycolether, Dialkylpolyglycolether, Oligocarboxylate und/oder Polycarboxylate.

[0018] Besonders bevorzugt handelt es sich bei den Alkylalkoxylaten um Alkylethoxylate und/oder EO-PO-Alkoxylate.

[0019] Bei der Auswahl der Additive ist zu beachten, dass vor allem niedermolekulare Verbindungen bevorzugt mindestens eine Alkylgruppe enthalten sollten. Wichtige Verbindungen mit diesem Merkmal sind auch nicht ionische Tenside.

[0020] Als Additive sind Alkylalkoxylate, Gluconamide und Alkylpolyglycoside besonders bevorzugt. Unter den Alkylalkoxylaten vorzugsweise werden ethoxylierte, insbesondere primäre Alkohole mit vorzugsweise 8 bis 22 C-Atomen und durchschnittlich 1 bis 80 EO pro Mol Alkohol eingesetzt, in denen der Alkoholrest linear oder bevorzugt in 2-Stellung methylverzweigt sein kann bzw. lineare und methylverzweigte Reste im Gemisch enthalten kann, so wie sie üblicherweise in Oxoalkoholresten vorliegen. Zu den bevorzugten ethoxylierten Alkoholen gehören beispielsweise C₁₁-Alkohole mit 3, 5, 7, 8 bzw. 11 EO, C₁₂-C₁₅ Alkohole mit 3, 6, 7, 8, 10 bzw. 13 EO, C₁₄-C₁₅ Alkohole mit 4, 7 bzw. 8 EO, C₁₆-C₁₈ Alkohole mit 8, 11, 15, 20, 25, 50 bzw. 80 EO und Mischungen aus diesen. Die angegebenen Ethoxyierungsgrade stellen statistische Mittelwerte dar, die für ein spezielles Produkt eine ganze oder eine gebrochene Zahl sein können. Zusätzlich zu diesen können auch Fettalkohol-EO/PO-Addukte eingesetzt werden, wie z.B. die Genapol-Typen 3970, 2909, bzw. 2822.

[0021] Eine weitere Ausgestaltung der Erfindung ist Polyethylenglycole als Additive einzusetzen, z.B. die PEG Typen 200, 300, 400, 600, 1000, 1350, 1500, 2000, 3000, 4000, 6000, 8000, 10000, 20000 und 35000 von Clariant.

[0022] Bevorzugt werden als Additive auch Monoalkylglycolether, Monoalkyloligoglycolether oder Monoalkylpolyglycolether eingesetzt, darunter Butylglycol, Butyldiglycol und Butylpolyglycol. Bevorzugt ist auch Monoalkylpropylenglycole, Monoalkyloligopropylenglycole und Monoalkylpolypropylenglycole einzusetzen.

[0023] Eine weitere Ausgestaltung der Erfindung sieht vor als Additive Polycarboxylat-Copolymere in saurer oder Alkaliform, bevorzugt Natriumform, auf Basis Acrylsäure/Maleinsäure einzusetzen (beispielsweise Sokalan-Typen der Fa. BASF).

[0024] Das Additiv wird bevorzugt in Mischung bzw. Lösung mit Wasser eingesetzt. Dadurch wird ein größeres Flüssigkeitsvolumen erreicht, welches für eine gleichmäßigere Verteilung des Additivs auf dem vorgelegten grobteiligen Alkalisichsilicat günstig ist. Um eine gute Handhabbarkeit der Additiv-Wasser-Mischung sicherzustellen (Pumpbarkeit, Viskosität) kann es sinnvoll sein einen Lösungsvermittler einzusetzen. Besonders geeignet sind dazu Alkohole, besonders bevorzugt Ethanol und Isopropanol.

[0025] Bevorzugt kann das Additiv auch in reiner Form mit dem vorgelegten grobteiligen Alkalisichsilicat vermischt werden.

[0026] Der Wassergehalt des erfindungsgemäßen granularen Alkalisichsilicat-Compounds ist in weiten Grenzen variierbar und im wesentlichen durch die aufrecht zu erhaltende Fließfähigkeit des endgültigen Compounds begrenzt.

[0027] Die Farbintensität ist ein besonders wichtiger Parameter, der sich auf das Produkt auswirkt. Die Farbintensität des erfindungsgemäßen granularen Alkalisichsilicat-Compounds ist neben anderen Einflüssen abhängig von der Farbstoffkonzentration. Im bevorzugten Bereich von 0,01 bis 2% blauem Farbstoff ist ein b-Wert von -15 bis -40 bevorzugt, im besonders bevorzugten Bereich von 0,05 bis 1% ein b-Wert von -17 bis -30.

[0028] Weiterhin wichtig für das erfindungsgemäße granulare Alkalisichsilicat-Compound ist eine bestimmte Korngröße und eine möglichst nicht zu breite Kernverteilung. Der Feinkornanteil sollte nicht zu groß sein, um im späteren Waschmittel einen möglichst starken Farbkontrast zu den restlichen Inhaltsstoffen zu erzeugen. Zu hoher Feinkornanteil würde einen verwaschenen Hintergrundfarbton erzeugen.

Bevorzugt ist ein mittlerer Teilchendurchmesser von 400 bis 600 µm. Dabei beträgt der Anteil größer als 1,4 mm von 0,1 bis 15% und ein Anteil kleiner als 0,25 mm von 0,5 bis 20%. Besonders bevorzugt ist ein mittlerer Teilchendurchmesser von 0,5 bis 0,8 mm, ein Anteil größer als 1,4 mm von 1 bis 9% und ein Anteil kleiner als 0,25 mm von 1 bis 15%.

[0029] Die eingefärbten erfindungsgemäßen granularen Alkalisichsilicat-Compounds sind sehr gut rieselfähig, bevorzugt fre rieselfähig und zeigen keine besondere Neigung zum Verbacken.

[0030] Für die ekonomische Verwendung des Farbstoffes ist eine nur äußerliche Einfärbung bevorzugt. Zur Herstellung des erfindungsgemäßen granularen Alkalisichsilicat-Compounds wird daher bevorzugt von einem grobteiligen Schichsilicat ausgegangen. Dies kann sowohl eine speziell gesiebte Fraktion aus Schichsilicatpulver sein als auch zu Granulat kompaktiertes Schichsilicat. Außerdem kann auch agglomeriertes Pulver eingesetzt werden. Als Agglomerierungsmittel kann dabei Polycarboxylat-Copolymer eingesetzt werden, wie dies in EP-A-0 819 355 beschrieben

[0032] Für die Verwendung als grobteiliges Alkalisichsilicat sind Pressgranulate bevorzugt. Diese werden bevorzugt durch Verfahren der Rollkompaktierung, Brikettierung und andere hergestellt. Bei der Rollkompaktierung ist ein Pressdruck von 10kN/cm bis 100kN/cm bevorzugt und ein Pressdruck von 30kN/cm bis 80kN/cm besonders bevorzugt. Wahlweise können bis zu 10 Gew.-% Granulierhilfsmittel (beispielsweise Wasser, Wasserglas, Polyethylenglycol, nichtionische Tenside, anionische Tenside, Polycarboxylatcopolymer) zugesetzt werden.

[0033] Für die Verwendung als grobteiliges Alkalisichsilicat sind Agglomerate bevorzugt. Diese werden bevorzugt in kornaufbauenden Mischer hergestellt, z.B. in Lödige-Pflugscharmischer, Eyrichmischer, Schugi-Mischer mit nachgeschaltetem Fließbettrockner usw. Wahlweise können hier Granulierhilfsmittel (bis zu 30 Gew.-%) oder andere Waschlösungsmittel zugesetzt werden wie z.B. Wasser, Wasserglas, Polyethylenglycol, nichtionische Tenside, anionische Tenside, Polycarboxylatcopolymer, Soil-release-Polymer und andere.

[0034] Für die Herstellung des grobteiligen Alkalisichsilicates via Agglomeration wird bevorzugt Alkalisichsilicat feingemahlen (auf $d_{50} < 50 \mu\text{m}$). Geeignete Apparate hierfür sind beispielsweise Kugel-, Pendelrollen-, Walzen-, Luftstrahl-, Hammer- und Prallmühlen. Wahlweise können Mahlhilfsmittel zugesetzt werden. Besonders bevorzugt wird auch Normalpulver ($50 \leq d_{50} \leq 500 \mu\text{m}$) eingesetzt. Bevorzugt können auch die vorgenannten Pressgranulate feingemahlen (auf $d_{50} \leq 50 \mu\text{m}$) werden.

[0035] Die vorliegende Erfindung betrifft auch ein Verfahren zur Herstellung eines granularen Alkalisichsilicat-Compounds, dadurch gekennzeichnet, daß man ein Alkalisichsilicat mit einem Farbstoff mischt und anschließend ein Additiv aufsprüht und wahlweise nachtrocknet.

[0036] Bevorzugt wird dabei das Additiv in Mischung mit Wasser und/oder einem Lösungsvermittler aufgesprüht und wahlweise nachgetrocknet.

[0037] Die vorliegende Erfindung betrifft schließlich auch ein Wasch- und Reinigungsmittel, enthaltend ein erfindungsgemäßes granulares Alkalisichsilicat-Compound.

[0038] Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel

0,1 bis 80 Gew.-% des granularen Alkalisichsilicat-Compounds

0 bis 92 Gew.-% Cobuilder

0 bis 37 Gew.-% Tensid

0 bis 53 Gew.-% bleichaktive Agenzien

0 bis 30 Gew.-% weiteres Schichtsilicat

0 bis 46 Gew.-% Elektrolytlieferant.

[0039] Bevorzugt liegt das Wasch- und Reinigungsmittel in Tablettenform vor.

[0040] Für die Herstellung des erfindungsgemäßen granularen Alkalisichsilicat-Compounds aus grobteiligem Alkalisichsilicat, Farbstoff und Additiv werden bevorzugt Mischer und Bedingungen eingesetzt, die geeignet sind, die Ausgangskornstruktur des Schichtsilicates nur möglichst wenig zu verändern. Besonderes Augenmerk muss darauf verwendet werden, den Feinanteil kleiner als $250 \mu\text{m}$ nur möglichst wenig zu erhöhen. Hierzu können bevorzugt Mischer der Fa. Schugi-Hosokawa (z.B. Typ Flexomix 160) zum Einsatz, bevorzugt mit nachgeschaltetem Batch-Fließbett, um den Wassergehalt gezielt einstellen zu können.

[0041] Weitere geeignete Mischer sind Mischer der Firmen Hauff und Telschig, die nach dem Freifallprinzip arbeiten und der Fa. Nauta, in denen das Mischgut nach dem Archimedes-Prinzip durch eine Schnecke umwälzt wird.

[0042] Bevorzugt wird der Farbstoff trocken mit dem grobkörnigen Schichtsilicat vorgemischt. Danach wird das Additiv gegebenenfalls in Mischung mit Wasser und/oder Lösungsvermittler aufgesprüht.

[0043] Eine weitere bevorzugte Ausgestaltung ist, den Farbstoff im Additiv selbst, in einer Mischung von Additiv und Wasser oder einer Mischung von Additiv, Wasser und Lösungsvermittler zu lösen. Diese Farbstofflösung wird auf das reine grobteilige Alkalisichsilicat gesprüht und untergemischt.

[0044] Besonders bevorzugt ist auch, die drei Komponenten grobteiliges Alkalisichsilicat, Farbstoff und Additiv letzteres gegebenenfalls in Mischung mit Lösungsvermittler und/oder Wasser, jede für sich separat aber gleichzeitig in den Mischer zu dosieren. Dies geschieht bevorzugt in einem Mischer der Fa. Schugi-Hosokawa oder der Fa. Hauff.

[0045] Die Erfindung betrifft - wie vorgenannt beschrieben - auch ein Wasch- und Reinigungsmittel, welches ein erfindungsgemäßes granulares Alkalisichsilicat-Compound enthält. Hierfür stellen die nachstehend aufgeführten Zusammensetzungen eine beispielhafte Auswahl dar.

[0046] Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel

0,1 bis 80 Gew.-% des erfindungsgemäßen granularen Alkalisichsilicat-Compounds

[0048] Das Wasch- und Reinigungsmittel enthält

EP 1 113 068 A9 (W1A2)

- 1 bis 9 Gew.-% des erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilitat-Compounds ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe
- [0049]** Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel
0.1 bis 80 Gew.-% des erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilitat-Compounds
- 5 0 bis 92 Gew.-% Cobuilder
ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe
- [0050]** Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel
0.5 bis 15 Gew.-% des erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilitat-Compounds
9 bis 75 Gew.-% Cobuilder
- 10 ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe
- [0051]** Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel
1 bis 9 Gew.-% des erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilitat-Compounds 12.5 bis 62 Gew.-% Cobuilder
ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe
- [0052]** Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel
15 0.1 bis 80 Gew.-% des erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilitat-Compounds
0 bis 37 Gew.-% Tensid
ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe
- [0053]** Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel
0.5 bis 15 Gew.-% des erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilitat-Compounds
- 20 1.5 bis 31 Gew.-% Tensid
ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe
- [0054]** Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel
1 bis 9 Gew.-% des erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilitat-Compounds 2 bis 19 Gew.-% Tensid
ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe
- 25 **[0055]** Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel
0.1 bis 80 Gew.-% des erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilitat-Compounds
0 bis 53 Gew.-% bleichaktive Agenzien
ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe
- [0056]** Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel
30 0.5 bis 15 Gew.-% des erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilitat-Compounds
1 bis 23 Gew.-% bleichaktive Agenzien
ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe
- [0057]** Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel
1 bis 9 Gew.-% des erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilitat-Compounds 5 bis 20 Gew.-% bleichaktive Agenzien
- 35 ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe
- [0058]** Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel
0.1 bis 80 Gew.-% des erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilitat-Compounds
0 bis 50 Gew.-% weiteres Schichtsilitat
- 40 ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe
- [0059]** Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel
0.5 bis 15 Gew.-% des erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilitat-Compounds
4 bis 30 Gew.-% weiteres Schichtsilitat
ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe
- 45 **[0060]** Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel
1 bis 9 Gew.-% des erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilitat-Compounds
5 bis 20 Gew.-% weiteres Schichtsilitat
ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe
- [0061]** Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel
50 0.1 bis 80 Gew.-% des erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilitat-Compounds
0 bis 46 Gew.-% Elektrolytlieferant
ad 100 Gew.-% weitere übliche Inhaltsstoffe
- [0062]** Bevorzugt enthält das Wasch- und Reinigungsmittel

sche Tenside

[0076] Bevorzugt handelt es sich bei den Elektrolytlieferanten z.B. um Sulfate, Nitrate, Chlorate, Perchlorate, Chloride, Acetate, Formate, Lactate, Tosylate und/oder Borate

[0077] Bevorzugt handelt es sich bei den weiteren Schichtsilicaten um Alkalischichtsilicate mit der chemischen Zusammensetzung gemäß dem Stand der Technik, die nicht in dem erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compound enthalten sind. Besonders bevorzugt liegen sie in pressgranulierter, Normalpulver-, feingemahlener Pulver- oder feingemahlener Granulatform vor. Besonders bevorzugt können sie auch in Compounds mit Copolymer, anionischen oder nichtionischen Tensiden etc. enthalten sein.

[0078] Bei den vorgenannten Wasch- und Reinigungsmitteln kann das erfindungsgemäße granulare Alkalischichtsilicat-Compound bevorzugt zu 0,1 bis 80 Gew.-%, besonders bevorzugt zu 0,5 bis 15 Gew.-% bzw. zu 1 bis 9 Gew.-% enthalten sein.

[0079] Die erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds können erfindungsgemäß Verwendung finden in Wasch- und Reinigungsmitteln. Die vorgenannten Wasch- und Reinigungsmittel, Wasserenthärter und Maschinengeschirreiniger können in Pulverform, Granulatform und Tablettenform eingesetzt werden.

[0080] Die erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds erzeugen in pulverförmigen Wasch- und Reinigungsmitteln farbige Körner.

[0081] Bevorzugt sind hier pulverförmige Voll-, Color- und Spezialwaschmittel. Vollwaschmittel sind ausgewogene Formulierungen mit dem Ziel einer möglichst hohen Waschwirkung. Colorwaschmittel sollen vor allem Farbstoffen schonen hinsichtlich Ausbleichen und Verwaschen der Farben und Verfilzen der Fasern. Spezialwaschmittel zielen auf enge Anwendungsgebiete wie Fleckensalze, Gardinenwaschmittel, Wollwaschmittel und andere.

[0082] Die erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds können weiterhin Anwendung finden in Wasserenthärtern, die vor allem in Regionen mit hoher Wasserhärte einen leistungssteigernden Effekt auf das Waschergebnis und einen Schutzeffekt hinsichtlich der Waschmaschine besitzen.

[0083] Weitere Anwendungen für die erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds sind Maschinengeschirreiniger. Hier sind sie vor allem wegen ihrer guten Schmutzdispersion, ihrer hohen Alkalität und ihrer ausgezeichneten Schutzwirkung gegen Korrosion von Gläsern geeignet. Für Maschinengeschirreinigeranwendungen werden bevorzugt schwach schäumende EO/PO-Addukte als Additive eingesetzt.

[0084] Bevorzugt sind auch tablettenförmige Wasch- und Reinigungsmittel, z.B. Voll-, Color-, Spezialwaschmittel, Maschinengeschirreiniger, Fleckensalze und/oder Wasserenthärter. Die erfindungsgemäßen granularen Alkalischichtsilicat-Compounds erzeugen in tablettenförmigen Wasch- und Reinigungsmitteln farbige Sprengel. Eine weitere Ausgestaltung ist in Mehrphasentabs nur einzelne Anteile der Tablette mit Sprengeln zu versehen oder einzelne Anteile überwiegend oder vollständig homogen einzufärben.

[0085] Bei Tabletten kann die Form zylinderförmig, quaderförmig oder auch weitgehend beliebige geometrische Formen annehmen. Im Falle des Zylinders kann das Verhältnis von Radius zu Höhe zwischen 0,25 bis 4 zu 1 betragen. Der Druck kann zwischen 12 und 0,3 kN/cm² betragen. Bevorzugt ist auch die mehrstufige Verpressung zur Erlangung von Mehrphasentabs. Hierbei werden beliebig viele Schichten in mehreren Schritten nacheinander aufeinander gepresst, so dass sich mehrere Schichten ergeben. Besonders bevorzugt ist bei zweischichtigen Tabletten ein Volumenverhältnis der beiden Schichten von 1 zu 10 bis 10 zu 1.

[0086] Bestimmung der Kornverteilung durch Siebanalyse:

In eine Siebmachine der Fa. Retsch werden die Einsätze mit gewünschten Sieben eingesetzt. Dabei nimmt die Maschenweite der Siebe von oben nach unten ab. 50 g des zu untersuchenden Pulvers werden auf das weiteste Sieb aufgegeben. Durch die Schwingbewegung der Siebmachine wird das Pulvermaterial durch die verschiedenen Siebe befördert. Die Rückstände auf den Sieben werden ausgewogen und rechnerisch auf die Materialenwaage bezogen. Aus den Werten kann der d_{50} -Wert berechnet werden. Werte, die nach dieser Methode bestimmt wurden, sind in den Beispielen gekennzeichnet.

Bestimmung der Farbwerte

[0087] Als Farbmessgerät wird der Typ 1 und 100 der Fa. Dr. Lange eingesetzt. Die Farbwerte werden im System nach Hunter (CIE-LAB System) angegeben. L-Werte gehen von 0 (schwarz) bis 100 (weiß), a-Werte von +a (rot) bis -a (blau) und b-Werte von +b (gelb) bis -b (violett). Je größer negativ der b-Wert also ist, desto intensiver blau ist das untersuchte Material.

EP 1 113 068 A9 (W1A2)

gemischt. Dann wird die Hälfte des verbliebenen AE in 5 Minuten aufgesprüht. Dann wird gegebenenfalls sonstiges Schichtsilicat zugegeben und 10 Minuten gemischt. Dann wird die restliche zweite Hälfte AE in weiteren 5 Minuten aufgesprüht. Schließlich werden LAS, Seife, Antischaum, Phosphonat und Compound mit optischem Aufheller zugegeben und 10 Minuten bei 300 U/Min. nachgemischt. Im Taumelmischer wird die Mischung aus dem Lod gemischer unter geringer Scherbelastung mit Perborat, TAED, Enzymen und Alkalischichtsilicat-Compound versetzt und 5 Minuten vermischt.

Tablettierung von Waschmitteln

- 10 [0089] Zur Tablettierung wird die Waschmittelformulierung gemischt und mit einer Tablettenpresse der Fa. Matra in die entsprechende Form gepresst. Der Pressdruck kann zwischen 12 und 0,3 kN/cm² betragen. Der Pressling hat die Maße Höhe 18 mm, Durchmesser 41 mm.

Herstellung der Maschinengeschirreiniger

- 15 [0090] In einem Pflugschärmmischer der Fa. Lodige wurden die festen Komponenten vorgelegt und gut gemischt. Dann wird das Alkylethoxyliat aufgesprüht. Enzyme, Parfüm, Percarbonat oder Perborat und TAED werden zum Schluss untergemischt.

- 20 Beispiel 1 (Vergleich)

[0091] Es wurde ein Sprengmittelgranulat hergestellt, das 14,91 % Cellulose, 84,9 % Alkalischichtsilicat und 0,19 % Sandolan Blau E-HRL 180 enthielt. Der L-Wert betrug 61,4, der b-Wert -13,23.

- 25 Beispiel 2 (Vergleich)

[0092] In einem Telschig-Mischer wurden 900 kg SKS-6 Granulat mit 2,7 kg Sandolan Blau E-HRL 180 gemischt. Die Zusammensetzung dieser Vormischung und ihre analytischen Daten sind in der Tabelle 1 angegeben.

- 30 Beispiel 3 (Vergleich)

[0093] In einem Mischer der Fa. Schugi (Typ Flexomix 160) mit nachgeschaltetem Batch-Fließbett wurde die Vormischung aus Beispiel 2 mit einer Lösung von Glycerin und Wasser vermischt und nachgetrocknet. Die Zusammensetzung und die analytischen Daten der Mischung sind in der Tabelle 1 angegeben.

35

Beispiel 4

- 40 [0094] In einem Mischer der Fa. Schugi (Typ Flexomix 160) mit nachgeschaltetem Batch-Fließbett wurde eine trockene Vormischung, die wie in Beispiel 2 hergestellt wurde, mit einer Lösung von Genapol JD 110 und Wasser vermischt und nachgetrocknet. Die Zusammensetzung und die analytischen Daten der Mischung sind in der Tabelle 1 angegeben. L- und b-Werte zeigen an, dass die Farbe deutlich intensiver war als die der Materialien der Vergleichsbeispiele 1, 2 und 3.

Beispiel 5

45

[0095] In einem Mischer der Fa. Schugi (Typ Flexomix 160) mit nachgeschaltetem Batch-Fließbett wurde eine trockene Vormischung, die wie in Beispiel 2 hergestellt wurde, mit einer Lösung von Genapol OA 080, Wasser und Isopropanol vermischt und nachgetrocknet. Die Zusammensetzung und die analytischen Daten der Mischung sind in der Tabelle 1 angegeben. L- und b-Werte zeigen an, dass die Farbe deutlich intensiver war als die der Materialien der Vergleichsbeispiele 1, 2 und 3.

50

Beispiel 6

In einem Mischer der Fa. Schugi (Typ Flexomix 160) mit nachgeschaltetem Batch-Fließbett wurden direkt

Beispiel 7

[0097] In einem Mischer der Fa. Schugi (Typ Flexomix 160) mit nachgeschaltetem Batch-Fließbett wurden direkt SKS-6 Pulver mit einem mittleren Teilchendurchmesser von ca. 140 µm, Farbstoff und eine saure Lösung von Polycarboxylat (45 %g Acrylsäure-Maleinsäure-Copolymer, Fa. Stockhausen) vermischt und nachgetrocknet. Die Zusammensetzung und die analytischen Daten der Mischung sind in der Tabelle 1 angegeben. L- und b-Wert zeigen an, dass die Farbe deutlich intensiver war als die der Materialien der Vergleichsbeispiele 1, 2 und 3.

Beispiel 8

[0098] In einem Mischer der Fa. Schugi (Typ Flexomix 160) mit nachgeschaltetem Batch-Fließbett wurde SKS-6 Granulat mit einer Lösung von Farbstoff, Genapol UD 110 und Wasser vermischt und nachgetrocknet. Die Zusammensetzung und die analytischen Daten der Mischung sind in der Tabelle 1 angegeben. L- und b-Wert zeigen an, dass die Farbe deutlich intensiver war als die der Materialien der Vergleichsbeispiele 1, 2 und 3.

Beispiel 9

[0099] In einem Freifallmischer der Fa. Hauff wurde eine Vormischung, die wie in Beispiel 2, nur mit weniger Farbstoff hergestellt wurde, mit einer erhöhten Menge einer Lösung von Genapol UD 110 und Wasser vermischt. Die Zusammensetzung und die analytischen Daten der Mischung sind in der Tabelle 1 angegeben. L- und b-Wert zeigen an, dass die Farbe deutlich intensiver war als die der Materialien der Vergleichsbeispiele 1, 2 und 3.

Beispiel 10

[0100] In einem Mischer der Fa. Schugi (Typ Flexomix 160) mit nachgeschaltetem Batch-Fließbett wurde eine trockene Vormischung, die wie in Beispiel 2, nur mit weniger Farbstoff hergestellt wurde, mit einer erhöhten Menge einer Lösung von Genapol UD 110 vermischt. Die Zusammensetzung und die analytischen Daten der Mischung sind in der Tabelle 1 angegeben. L- und b-Wert zeigen an, dass die Farbe trotz geringeren Farbstoffeinsatzes deutlich intensiver war als die der Materialien der Vergleichsbeispiele 1, 2 und 3.

Beispiel 11

[0101] In einem Freifallmischer der Fa. Hauff wurde wie in Beispiel 9 eine Vermischung aus 900kg SKS-6 Granulat mit 1,8kg Sandolan MFB (grün), die wie in Beispiel 2 hergestellt wurde, mit einer erhöhten Menge einer Lösung von Genapol UD 110 und Wasser vermischt. Die Zusammensetzung und die analytischen Daten sind in Tabelle 1 angegeben.

Beispiel 12

[0102] In einem Freifallmischer der Fa. Hauff wurde wie in Beispiel 9 eine Vermischung aus 900kg SKS-6 Granulat mit 1,8kg Vtasin chinolingelb 70 (gelb), die wie in Beispiel 2 hergestellt wurde, mit einer erhöhten Menge einer Lösung von Genapol OA 080, Isopropanol und Wasser vermischt. Die Zusammensetzung und die analytischen Daten sind in Tabelle 1 angegeben.

Beispiel 13

[0103] In einem Freifallmischer der Fa. Hauff wurde wie in Beispiel 9 eine Vermischung aus 900kg SKS-6 Granulat mit 1,8kg Sandolan NBG 125 (brilliantrot), die wie in Beispiel 2 hergestellt wurde, mit einer erhöhten Menge einer Lösung von Genapol 2907, Isopropanol und Wasser vermischt. Die Zusammensetzung und die analytischen Daten sind in Tabelle 1 angegeben.

Beispiel 14

EP 1 113 068 A9 (W1A2)

Beispiel 15

[0105] Entsprechend der allgemeinen Vorschrift "Herstellung der Testwaschmittel" und der Rezeptur in Tabelle 2 wurde ein Test-Vollwaschmittel mit 0,1 % Alkalischichtsilicat-Compound aus Beispiel 9 hergestellt

Beispiel 16

[0106] Entsprechend der allgemeinen Vorschrift "Herstellung der Testwaschmittel" und der Rezeptur in Tabelle 2 wurde ein Test-Vollwaschmittel mit 1 % Alkalischichtsilicat-Compound aus Beispiel 9 hergestellt

Beispiel 17

[0107] Entsprechend der allgemeinen Vorschrift "Herstellung der Testwaschmittel" und der Rezeptur in Tabelle 2 wurde ein Test-Vollwaschmittel mit 11 % Alkalischichtsilicat-Compound aus Beispiel 9 hergestellt

Beispiel 18

[0108] Entsprechend der allgemeinen Vorschrift "Herstellung der Testwaschmittel" und der Rezeptur in Tabelle 2 wurde ein Test-Vollwaschmittel mit 1 % Alkalischichtsilicat-Compound aus Beispiel 9 hergestellt

Beispiel 19

[0109] Entsprechend der allgemeinen Vorschrift "Herstellung der Testwaschmittel" und der Rezeptur in Tabelle 2 wurde ein Phosphat haltiges Test-Vollwaschmittel mit 0,2 % Alkalischichtsilicat Compound aus Beispiel 9 hergestellt

Beispiel 20

[0110] Entsprechend der allgemeinen Vorschrift "Herstellung der Testwaschmittel" und der Rezeptur in Tabelle 2 wurde ein Test-Colorwaschmittel mit 1 % Alkalischichtsilicat-Compound aus Beispiel 9 hergestellt

Beispiel 21

[0111] Entsprechend der allgemeinen Vorschrift "Herstellung der Testwaschmittel" und der Rezeptur in Tabelle 2 wurde ein Test-Wasserenthärter mit 15 % Alkalischichtsilicat-Compound aus Beispiel 9 hergestellt

Beispiel 22

[0112] Entsprechend der allgemeinen Vorschrift "Herstellung der Testwaschmittel" und der Rezeptur in Tabelle 2 wurde ein Test-Fleckensalz mit 9 % Alkalischichtsilicat-Compound aus Beispiel 9 hergestellt

Beispiele 23 bis 25

[0113] Entsprechend den allgemeinen Vorschriften "Herstellung der Testwaschmittel" "Tablettierung von Waschmitteln" und den Rezepturen in Tabelle 3 wurden mit unterschiedlichen Mengen Alkalischichtsilicat-Compound aus Beispiel 9 Waschmitteltabs gepresst

Beispiel 26

[0114] Entsprechend der allgemeinen Vorschrift "Herstellung der Testwaschmittel" und der Rezeptur in Tabelle 2 wurde ein Test-Waschmittel mit 0,2 % Alkalischichtsilicat-Compound aus Beispiel 9 hergestellt

Beispiel 27

[0115] Entsprechend der allgemeinen Vorschrift "Herstellung der Testwaschmittel" und der Rezeptur in Tabelle 2

EP 1 113 068 A9 (W1A2)

Beispiel 28

[0116] Entsprechend der allgemeinen Vorschrift "Herstellung der Testwaschmittel" und der Rezeptur in Tabelle 3 wurde ein Test-Waschmittel mit 5 % Alkalischichtsilicat-Compound aus Beispiel 9 hergestellt

Beispiel 29

[0117] Entsprechend der allgemeinen Vorschrift "Herstellung der Testwaschmittel" und der Rezeptur in Tabelle 3 wurde ein Test-Waschmittel mit 4 % Alkalischichtsilicat-Compound aus Beispiel 9 hergestellt

Beispiel 30

[0118] Entsprechend der allgemeinen Vorschrift "Herstellung der Testwaschmittel" und der Rezeptur in Tabelle 3 wurde ein Test-Waschmittel mit 7 % Alkalischichtsilicat-Compound aus Beispiel 9 hergestellt

Beispiel 31

[0119] Entsprechend der allgemeinen Vorschrift "Herstellung der Testwaschmittel" und der Rezeptur in Tabelle 3 wurde ein Test-Waschmittel mit 5 % Alkalischichtsilicat-Compound aus Beispiel 9 hergestellt

Beispiele 32 bis 37

[0120] Entsprechend der allgemeinen Vorschrift "Herstellung der Maschinengeschirreiniger" und den Rezepturen in Tabelle 4 wurden Maschinengeschirreiniger mit unterschiedlichen Mengen Alkalischichtsilicat-Compound aus Beispiel 13 hergestellt

Beispiel 38

[0121] Ein Maschinengeschirreinigergel wurde hergestellt, indem man mit einem Dispergator (Ultraturrax, Fa. Hanke und Kunkel) Wasserglas, Phosphat, Soda, Natriumhydroxid, Phosphonat, Polymer, Alkylsulfonat, untermischt, Alkalischichtsilicat-Compound aus Beispiel 11 und Natriumhypochlorit werden zum Schluss kurz untergemischt (Tabelle 4)

Tabelle 1

Beispiele	2 Vgl	3 Vgl	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13
Einsatzmengen [kg]												
Schichtgewicht	Granulat	900	900	900	900	900	900	900	900	900	900	900
	Pulver	-	-	-	-	900	-	-	-	-	-	-
Farbstoff	Sandolan	2,7	2,7	2,7	2,7	3,5	2,7	1,8	1,4	-	-	-
	blau E HRL											
	180											
	Sandolan	-	-	-	-	-	-	-	-	1,8	-	-
	NFB1											
	Vitamin	-	-	-	-	-	-	-	-	-	1,8	-
	ch gelb 70											
	Sandolan	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	1,8
	NBG 125											
Additiv	Glycerin	-	6,3	-	-	-	-	-	-	-	-	-
	Geratol	-	-	6,3	6,3	-	6,3	14	42,3	14	-	-
	LD*10											
	Genapol	-	-	-	6,3	-	-	-	-	-	14	-
	GAA 080											
	Genapol	-	-	-	-	-	-	-	-	-	-	14
	Phen											
	Polycarb-	-	-	-	-	523	-	-	-	-	-	-
	oxyd											
Wasser		-	36	36	36	-	36	50	-	50	50	50
Isopropanol				53	-	-	-	-	-	-	2,2	2,2
Produktzusammensetzung [%]												
Silicat		98,3	93,9	94,1	93,9	95,2	73,3	94,0	91,9	94,0	92,1	92,0

Tabelle 1 (fortgesetzt)

Beispiele	2 Vgl.	3 Vgl.	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13
Produktzusammensetzung/ung [%]												
Farbstoff	0.30	0.29	0.29	0.29	0.29	0.29	0.29	0.28	0.15	0.19	0.19	0.19
Additiv	-	0.7	0.7	0.7	0.7	19.2	0.7	1.4	4.5	1.4	1.5	1.5
Wasser	1.4	5.1	4.9	5.1	3.8	7.2	5.0	6.4	1.3	6.5	6.3	6.4
Hunter L	60.1	57.3	51.2	48.9	49.5	50.1	43.9	46.6	45.6	66.8	81.4	47.5
Hunter a	3.34	-4.63	3.6	-2.95	-4.96	-5.01	-3.34	-3.31	-3.34	-25	4.9	51.8
Hunter b	-13.5	-12.9	-22.7	-23.2	-21.6	-22.8	-23.4	-26.7	-26.1	8	24.2	14.6
d50 [nm]	0.781	0.765	0.635	0.732	0.74	0.647	0.687	0.704	0.722	0.650	0.675	0.643
>1.4 mm [m]	9.8	9.01	2.9	5	7.2	4.4	4.3	5.8	8.7	4.5	6.3	3.9
<0.25 mm [m]	0.41	0.8	7.1	3.1	4	7.6	9.4	6.5	1.4	9.7	8.8	9.9

EP 1 113 068 A9 (W1A2)

Tabelle 2

Beispiele	14 [%]	15 [%]	16 [%]	17 [%]	18 [%]	19 [%]	20 [%]	21 [%]	22 [%]
Zeolith A	34.5	24	24	24	-	-	30	40	-
Phosphat 1	-	-	-	-	-	25	-	-	-
SKS-6	-	10.9	10.0	-	50	10	10	-	-
Cpd. aus Bsp. 9	0.5	0.1	1.0	1.1	1	0.2	1	15	9
Polymer 1	3	3	3	3	3	-	7	7	-
Soda	16	16	16	16	-	-	-	15	9
Bicarbonat	-	-	-	-	9	-	18	5	-
Perborat mh	18	18	18	18	-	-	-	-	-
Perborat th	-	-	-	-	-	20	-	-	-
Percarbonat	-	-	-	-	18	-	-	-	40
TAED 1	5	5	5	5	5	-	-	-	13
LAS	9	9	9	9	-	6.7	8	-	5
AE 1	4	4	4	4	4	2.0	10	2	-
AE2	4	4	4	4	4	-	-	-	-
Seife	1	1	1	1	1	-	1	2	1
Antischaum	1	1	1	1	1	0.6	1	-	-
Enzym 1	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	0.6	1.5	-	-
Enzym 3	1.5	1.5	1.5	1.5	1.5	0.6	1.5	-	-
Opt. Aufheller	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.2	-	-	-
Phosphonat 1	0.5	0.5	0.5	0.5	0.5	0.1	0.2	-	-
Citronensäure	-	-	-	-	-	-	2	5	-
PVP	-	-	-	-	-	-	1	-	-
SRP	-	-	-	-	-	-	0.8	-	-
CMC	-	-	-	-	-	-	1	-	-
Sulfat	-	-	-	-	-	34	7	9	23
Dosierung [g]	72	72	72	72	72	135	72	30	40

Tabelle 3

Beispiele	23 [%]	24 [%]	25 [%]	26 [%]	27 [%]	28 [%]	29 [%]	30 [%]	31 [%]
Zeolith A	-	15	15	31	31	31	30	-	-
SKS 6	30	15	11	15	10	-	-	5	-
Cpd. aus Bsp. 9	0.1	1	5	0.2	1	5	4	7	5
Polymer 1	4	4	4	5	5	5	3	2	2

EP 1 113 068 A9 (W1A2)

Tabelle 3 (fortgesetzt)

Beispiele	23 [%]	24 [%]	25 [%]	26 [%]	27 [%]	28 [%]	29 [%]	30 [%]	31 [%]
Perborat th	-	-	-	-	-	-	-	-	2
Percarbonat	12	12	12	-	-	-	-	-	-
TAED 1	4	4	4	-	-	-	-	-	-
LAS	7	7	7	10	30	-	7	6	-
Alkansulfonat	-	-	-	-	-	-	9	5	8
AE 1	-	-	-	15	4	18	3	-	4
AE2	-	-	-	10	3	-	-	-	-
AE 3	4	4	3	-	-	-	-	-	-
Seife	-	-	-	-	-	13	-	-	-
Enzym 1	-	-	-	1.5	0.5	0.5	0.2	-	-
Enzym 3	-	-	-	1.5	0.5	0.5	0.3	-	-
Opt. Aufheller	-	-	-	-	0.5	-	-	-	-
Citronensaure	6	6	15	-	-	-	-	-	-
Sulfat	-	-	10	5.8	4.5	12	4	-	-
Chlorid	-	-	-	-	-	-	-	46	-
Cellulose	-	7	-	-	-	-	-	-	-
Acetat th	15.9	8.0	-	-	-	-	-	-	-
Dosierung [g]	2*40	2*40	2*40	0.5g/l	0.5g/l	0.5g/l	80	80	150

Tabelle 4

Beispiele	32 [%]	33 [%]	34 [%]	35 [%]	36 [%]	37 [%]	38 [%]
Phosphat 2	-	-	25	47	20	-	-
Phosphat 3	-	-	-	-	-	-	22
Metasilicat ph	-	-	-	-	47	-	-
SKS-6	19.5	4.0	13	-	-	-	5
Cpd. aus Bsp. 9	0.5	1	2	8	3	80	1
Soda	23	33	30	25	17	-	1
Natriumhydroxid	-	-	-	-	8	-	-
Citrat th	30	35	-	-	-	-	-
Percarbonat	10	10	-	-	-	18	-
Perborat mh	-	-	10	10	-	-	-
NaDCC	-	-	-	-	1	-	-
Polymer 2	7	7	7	3	-	-	-
Polymer 3	-	-	-	-	-	-	2

EP 1 113 068 A9 (W1A2)

Tabelle 4 (fortgesetzt)

Beispiele	32 [%]	33 [%]	34 [%]	35 [%]	36 [%]	37 [%]	38 [%]
Enzym 4	2	2	2	2	-	-	-
AE4	1,5	1,5	1,5	1,5	4	2	-
Parfüm	0,5	0,5	0,5	0,5	-	-	-
Phosphonat 2	-	-	-	-	-	-	1
Alkansulfonat	-	-	-	-	-	-	2
Wasserglas	-	-	-	-	-	-	36
Hypochlorit	-	-	-	-	-	-	9
Sulfat	-	-	6	-	-	-	-
Wasser	-	-	-	-	-	-	20
Dosierung [g]	20	20	20	20	2 g/l	60	40

Eingesetzte Substanzen

[0122]

AE 1	Genapol OAA 080, Fa. Clariant
AE 2	Genapol OAA 040, Fa. Clariant
AE 3	Genagen 81MEE100, Fa. Clariant
AE 4	Genapol 2822, Fa. Clariant
Acetat th.	Natriumacetat trihydrat, Fa. Riedel-de Haen
Alkansulfonat	Hostapur SAS 60, Fa. Clariant
Antischaum:	11 Plv ASP3, Fa. Wacker
Bicarbonat:	Fa. Solvay
Citrat th.	Trinatriumcitrat trihydrat, Fa. Jungbunzlauer
Citronensäure:	von Fa. Jungbunzlauer
Cellulose:	Arbocell, Fa. Rottenmaier
CMC	Tylose 2000, Fa. Clariant
Enzym 1:	Termamyl 60T, Fa. Solvay Enzymes
Enzym 2	Termamyl 120T, Fa. Solvay Enzymes
Enzym 3	Savinase 6 0 TW, Fa. Solvay Enzymes
Enzym 4	Savinase 6 0 TW, Fa. Solvay Enzymes
Hypochlorit:	Natriumhypochlorit, Celanese GmbH
LAS	Marlon ARL, Fa. Hüls
Metasilicat ph	Metasilicat pentahydrat, Fa. van Baerle
NaDCC	Natriumdichlordisocyanurat, Fa. Olin Chemicals
Natriumchlorid	Fa. Merck KGaA
Natriumhydroxid	Merckphos 100%, Fa. Riedel-de Haen
Optischer Aufheller	Tinopal CBS-X, Fa. Ciba
Parfüm:	Citronenparfüm 78122D, Fa. Orissa
Perborat: mh	Perborat monohydrat, Fa. Degussa
Perborat: th.	Perborat tetrahydrat, Fa. Degussa
Percarbonat	Oxyper C, Fa. Solvay Interlox
Phosphat 1	Natriumtripolyphosphat von Fa. Thermphos Int'l
Phosphat 2	Makrophos 1018, Fa. BK Giulini
Phosphat 3	Thermphos NW grob

EP 1 113 068 A9 (W1A2)

Polymer 3	Sokalan CP5 flüssig Fa. BASF
PVP	Polyvinylpyrrolidon, Sokalan HP50 Fa. BASF
Seife	Liga Grundseife HM11E
Soda	Schwertsoda, Fa. Matthes&Weber
5 SRP	Soil release Polymer SRC 1 Fa. Clariant
Sulfat	von Fa. Solvay
TAED 1	TAED 4049 Fa. Clariant
TAED 2	TAED 3873 Fa. Clariant
Wasserglas	45 5% Aktivsubstanz, Modul 2 0 Fa. Clariant France
10 Zeolith A	Wessalith P. Fa. Degussa

Patentansprüche

- 15 1. Granulares Alkalisichsilicat-Compound **dadurch gekennzeichnet, daß** es ein kristallines Alkalisichsilicat einen Farbstoff und ein Additiv enthält.
2. Granulares Alkalisichsilicat-Compound nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, daß** es 68-99,79 Gew.-% Alkalisichsilicat, 0,01-2 Gew.-% Farbstoff, 0,1-15 Gew.-% Additive und 0,1-15 Gew.-% Wasser enthält.
- 20 3. Granulares Alkalisichsilicat-Compound nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet, daß** es 84-98,95 Gew.-% Alkalisichsilicat, 0,05-1 Gew.-% Farbstoff, 0,5-5 Gew.-% Additive und 0,5-10 Gew.-% Wasser enthält.
- 25 4. Granulares Alkalisichsilicat-Compound nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 3, **dadurch gekennzeichnet, daß** es sich bei dem Farbstoff um einen oxidationsstabilen und/oder alkalistabilen Farbstoff und/oder Pigmente handelt.
- 30 5. Granulares Alkalisichsilicat-Compound nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 4, **dadurch gekennzeichnet, daß** es sich bei den Additiven um Alkylalkoxylate, Gluconamide, Alkylpolyglycoside, Alkylesteralkoxylate, Oligoglycole, Polyglycole, Monoalkylglycolether, Monoalkyloglyglycolether, Monoalkylpolyglycolether, Dialkylglycolether, Dialkyloglyglycolether, Dialkylpolyglycolether, Oligocarboxylate und/oder Polycarboxylate handelt.
- 35 6. Granulares Alkalisichsilicat-Compound nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 5, **dadurch gekennzeichnet, daß** es sich bei den Alkylalkoxylaten um Alkyethoxylate und/oder EO-PO-Alkoxylate handelt.
7. Granulares Alkalisichsilicat-Compound nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 6, **dadurch gekennzeichnet, daß** es einen mittleren Teilchendurchmesser von 400 bis 900 µm aufweist.
- 40 8. Verfahren zur Herstellung eines granularen Alkalisichsilicat-Compounds nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 7, **dadurch gekennzeichnet, daß** man ein Alkalisichsilicat mit einem Farbstoff mischt und anschließend ein Additiv aufsprüht und wahlweise nachtrocknet.
- 45 9. Verfahren zur Herstellung eines granularen Alkalisichsilicat-Compounds nach Anspruch 7, **dadurch gekennzeichnet, daß** man das Additiv in Mischung mit Wasser und/oder einem Lösungsvermittler aufsprüht und wahlweise nachtrocknet.
- 50 10. Wasch- und Reinigungsmittel, enthaltend ein granulares Alkalisichsilicat-Compound nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 7.
11. Wasch- und Reinigungsmittel nach Anspruch 10, **dadurch gekennzeichnet, daß** es
 - 0,1 bis 80 Gew.-% des granularen Alkalisichsilicat-Compounds
 - 0 bis 92 Gew.-% Cobuilder
 - 0,01 bis 10 Gew.-% Tensid

EP 1 113 068 A9 (W1A2)

12. Wasch- und Reinigungsmittel nach Anspruch 10 oder 11 dadurch gekennzeichnet, daß es in Tablettenform vorliegt

5

10

15

20

25

30

35

40

45

50

Process for the preparation of layered sodium silicates and use thereof.

Patent Number: EP0578986
Publication date: 1994-01-19
Inventor(s): ADRIAN RENATE (DE); BAUER HARALD DR (DE); SCHIMMEL GUENTHER DR (DE); TAPPER ALEXANDER DR (DE)
Applicant(s): HOECHST AG (DE)
Requested Patent: ☐ EP0578986, B1
Application Number: EP19930109655 19930617
Priority Number(s): DE19924223545 19920717
IPC Classification: C01B33/32
EC Classification: C01B33/38, C11D3/12G2D4
Equivalents: ☐ DE4223545, ES2099866T, ☐ JP6183724

Abstract

To prepare crystalline sodium silicate having a layered structure and a molar $\text{SiO}_2\text{:Na}_2\text{O}$ ratio of 1.9:1 to 20:1, sodium silicate essentially composed of delta - $\text{Na}_2\text{Si}_2\text{O}_5$ is reacted with at least one acid in the pH range from 9 to 13 with stirring. The acids used can be carbon dioxide, sodium hydrogen carbonate, boric acid, sodium tetraborate, sulphuric acid, phosphoric acid, hydrochloric acid, alkanesulphonic acids, alkanecarboxylic acids and/or hydroxycarboxylic acids.

Data supplied from the **esp@cenet** database - I2